

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

**ANALIZA UTJECAJNIH FAKTORA
NA MJERNU NESIGURNOST ETALONSKOG
TVRDOMJERA**

Doktorska disertacija

Željko Alar

Zagreb, 2008.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ANALIZA UTJECAJNIH FAKTORA NA
MJERNU NESIGURNOST
ETALONSKOG TVRDOMJERA

Doktorska disertacija

Mentor:
Prof. dr. sc. Mladen Franz

Pristupnik:
Mr. sc. Željko Alar, dipl. ing.

Zagreb, 2008.

PODACI ZA BIBLIOGRAFSKU KARTICU

UDK: 539.53 : 53.08

Ključne riječi: tvrdoća, Vickers metoda, mjerna nesigurnost, etalonski tvrdomjer, referentne etalonske pločice

Znanstveno područje: TEHNIČKE ZNANOSTI

Znanstveno polje: Strojarsstvo

Znanstvena grana: Proizvodno strojarstvo

Institucija u kojoj je rad izrađen:

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU, FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

Mentor rada: Prof. dr. sc. Mladen Franz

Broj stranica: 177

Broj tablica: 44

Broj korištenih bibliografskih jedinica: 56

Datum obrane:

Povjerenstvo:

dr.sc. Vedran Mudronja, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Mladen Franz, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Vinko Ivušić, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Mladen Stupnišek, red. prof., Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje

dr. sc. Antun Benčić, Državni zavod za mjeriteljstvo, u mirovini

Institucija u kojoj je rad pohranjen:

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU, FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

NACIONALNA I SVEUČILIŠNA KNJIŽNICA, ZAGREB

ZAHVALA

Zahvaljujem se mentoru prof.dr.sc. Mladenu Franzu, članovima Povjerenstva te svim kolegama koji su mi svojim savjetima, podrškama ali i primjedbama pomogli pri izradi ovog rada.

Posebna zahvala obitelji na strpljenju i razumijevanju.

S A D R Ž A J

PREDGOVOR	VII
SAŽETAK	VIII
SUMMARY	IX
POPIS OZNAKA	X
POPIS SLIKA	XVI
POPIS TABLICA	XIX
1. UVOD	1
1.1 Problematika etalonskih tvrdomjera	1
1.2 Hipoteza rada	3
1.3 Organizacija istraživanja	4
2. MJERENJE TVRDOĆE	5
2.1 Općenito	5
2.1.1 Povijesni razvoj mjerenja sile	6
2.1.2 Povijesni razvoj mjerne jedinice duljine	8
2.1.3 Povijesni razvoj mjerenja tvrdoće	9
2.1.4 Metode ispitivanja tvrdoće	11
2.2 Mjerenje tvrdoće po Vickersu	13
2.2.1 Princip	13
2.2.2 Oprema za mjerenje tvrdoće metodom Vickers	16
2.3 Sljedivost mjerenja tvrdoće	18
2.4 Postupak umjeravanja tvrdomjera	21
2.4.1 Direktna metoda umjeravanja	21
2.4.1.1 Provjera sila opterećivanja	21
2.4.1.2 Provjera dijamantnog indentora	22
2.4.1.3 Provjera sustava za očitavanje veličine otiska	23
2.4.1.4 Provjera ispitnog ciklusa	24
2.4.2 Indirektna metoda umjeravanja	24
2.5 Postupak umjeravanja etalonskih pločica	25
3. MJERNA NESIGURNOST I SLJEDIVOST MJERENJA	26
3.1. Opće značenje mjerne nesigurnosti	26
3.1.1. Izvori mjerne nesigurnosti	29
3.2. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti	29

3.2.1 Opći prikaz.....	29
3.2.1.1 Statistički temelj za proračun mjerne nesigurnosti	31
3.2.2. Proračun standardne nesigurnosti procjene ulazne veličine	32
3.2.2.1 Proračun standardne nesigurnosti A-vrste	32
3.2.2.2 Proračun standardne nesigurnosti B-vrste	35
3.2.3 Proračun standardne nesigurnosti procjene izlazne veličine	36
3.2.4 Određivanje povećane nesigurnosti	38
3.3 Postupak izračunavanja mjerne nesigurnosti	41
3.4 Sljedivost mjerenja	41
3.4.1 Značenje mjerne sljedivosti	41
3.4.2 Elementi sljedivosti	42
3.4.3 Osiguranje sljedivosti	42
3.5 Umjeravanje opreme	44
3.6 Najveća mjerna sposobnost	45
4. NESIGURNOSTI MJERENJA TVRDOĆE	46
4.1 Općenito	46
4.2 Parametri koji utječu na nesigurnost mjerenja tvrdoće	47
4.2.1 Ispitni uzorak	49
4.2.2 Uređaj za mjerenje tvrdoće	49
4.2.3 Okoliš	52
4.2.4 Mjeritelj	53
4.3 Postupak izračuna mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće	56
4.3.1 Općenito	56
4.3.2 Proračun mjerne nesigurnost etalonskog tvrdomjera	59
4.3.2.1 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja direktnom metodom	59
4.3.2.2 Procjena i proračun nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom	61
4.3.3 Procjena i proračun nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica ..	63
5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA	64
5.1 Općenito	64
5.2 Plan istraživanja	65
5.3 Istraživanja na sustavu opterećivanja	66
5.3.1 Sustav za opterećivanje	66
5.3.2 Gravimetrijska mjerenja	66
5.3.3 Ispitivanja sustava za opterećivanje	69
5.3.3.1 Provjera ispitnih sila	70
5.3.3.1.1 Novi model utvrđivanja sila opterećivanja	75
5.3.3.2 Provjera dijamantnog indentora	83
5.3.3.3 Provjera ciklusa opterećivanja	85

5.3.3.4 Provjera ispitnog stola	85
5.3.4 Ispitivanje sila opterećivanja u radijalnom smjeru	87
5.4 Provjera sustava za očitavanje veličine otiska	89
5.4.1 Optički mjerni mikroskop I/G-258	89
5.4.2 Opto-električni sustav CCD-LFSB-a	93
5.4.3 Problem očitavanja dijagonale otiska	95
5.5 Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera	97
5.6 Interkomparacijska mjerenja	101
5.6.1 Provjera kvalitete etalonskih pločica	101
5.6.1.1 Provjera ravnoće	102
5.6.1.2 Provjera hrapavosti	103
5.6.1.3 Provjera planparalelnosti površina	104
5.6.2 Rezultati interkomparacijskih mjerenja	105
5.6.2.1 Interkomparacijska mjerenja u laboratoriju INDENTEC-a	106
5.6.2.2 Interkomparacijska mjerenja u laboratoriju PTB-a	106
5.6.2.3 Interkomparacijska mjerenja u laboratorijima FSB-a	107
5.6.3 Dodatno ispitivanje površine etalonskih pločica za interkomparacijska mjerenja	112
6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA	116
6.1 Analiza sustava opterećivanja	116
6.1.1 Analiza sila opterećivanja	116
6.1.2 Analiza ostalih komponenti sustava opterećivanja	126
6.2 Analiza sustava za očitavanje veličine otiska	127
6.3 Analiza indirektna metode umjeravanja etalonskog tvrdomjera	129
6.4 Analiza interkomparacijskih mjerenja	137
7. ZAKLJUČAK	146
8. LITERATURA	150
ŽIVOTOPIS / BIOGRAPHY.....	153
PRILOZI	154
Prilog 1: Rezultati ispitivanja sila opterećivanja	156
Prilog 2: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja ...	163
Prilog 3: Rezultati indirektnog umjeravanja primarnim etalonskim pločicama	164
Prilog 4: Rezultati ispitivanja etalonskih pločica	174
Prilog 5: Rezultati interkomparacijskih mjerenja	175

PREDGOVOR

Na temelju mjerenja upravlja se procesima, namještaju alarmi, predviđaju putanje planeta, praktično, život na današnjoj razini bez mjerenja bio bi nezamisliv. Sustavno mjerenje s poznatim stupnjevima nesigurnosti jedan je od temelja industrijskog upravljanja kakvoćom i, općenito govoreći, u većini suvremenih industrija troškovi mjerenja čine 10 % – 15 % troškova proizvodnje. Konačno, znanost je potpuno ovisna o mjerenju. Dostupnost mjerne opreme i mogućnost njezine primjene bitno je kako bi znanstvenici mogli objektivno dokumentirati rezultate koje dobivaju. Znanost o mjerenju – metrologija – vjerojatno je najstarija znanost u svijetu, te je znanje o tome kako se ona primjenjuje temeljna potreba u praktično svim znanstveno utemeljenim zanimanjima. Današnja globalna ekonomija ovisi o pouzdanim mjerenjima i ispitivanjima kojima se može vjerovati i koja su međusobno prihvaćena na međunarodnoj razini. Ona ne smiju stvarati tehničke zapreke trgovini. Preduvjet za to je šire upotrebljavana čvrsta metrološka infrastruktura.

Mjerenja raznih fizikalnih i ostalih veličina ne mogu se provesti apsolutno točno jer sva mjerenja su podložna pogreškama, čime se mjerni rezultat razlikuje od istinite vrijednosti mjerene veličine. Uz dano vrijeme i sredstva, većina se izvora mjerne pogreške može identificirati, a mjerne se pogreške mogu količinski odrediti i ispraviti. Međutim rijetko ima dovoljno vremena a pogotovo sredstava za određivanje i potpun ispravak tih mjernih pogrešaka.

Mehanička svojstva zajedno s ostalim svojstvima materijala predstavljaju osnovna eksploatacijska svojstva materijala pa stoga i ispitivanja mehaničkih svojstava zauzimaju visoko mjesto u lancu sustava kvalitete nekog proizvoda. Jedno od mehaničkih svojstava čije se mjerenje najčešće provodi je tvrdoća. Danas postoji velik broj metoda za mjerenje tvrdoće, no Vickersova metoda zauzima posebno mjesto jer se najčešće uporabljuje u znanstveno istraživačkim radovima. S obzirom, da se radi o metodi koja zahtijeva specifičnu opremu i puno mjeriteljskog iskustva, istraživanje novih izvora pogrešaka te procjena njihova utjecaja na ovu metodu je kompleksan i mukotrpan proces, koji često puta završi i s nepovoljnim rezultatima. Stoga je i jako mali broj istraživačkih laboratorija na svjetskoj razini koji se bave poboljšavanjem mjeriteljske infrastrukture za veličinu tvrdoća po Vickers-u. Na tom tragu je i ovaj rad s glavnim ciljem produbljenja saznanja o procjeni mjernih nesigurnosti etalonskih mjerila tvrdoće po metodi Vickers.

SAŽETAK

Jedan od bitnih parametara osiguranja sljedivosti rezultata mjerenja tvrdoće je procjena i proračun vrijednosti mjernih nesigurnosti koje su proizašle iz utjecajnih veličina na samo mjerenje. Često puta i sama definicija pojedine utjecajne veličine predstavlja problem, a kamoli još i kvantitativno određenje njenog utjecaja na rezultat mjerenja. Osnovni cilj ove disertacije je bio odrediti koji su to utjecajni faktori na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera te uspostava modela za procjenu i proračun kvantitativnih vrijednosti tih utjecaja.

U teoretskom dijelu rada obrađena su dva glavna područja, a to su mjerna nesigurnost i tvrdoća. Na području mjerne nesigurnosti je dano njeno značenje te osnovni statistički temelji za njenu procjenu i proračun. Tvrdoća kao jedna fizikalna veličina čija je jedinica proizašla iz mjerenja drugih fizikalnih veličina (sila i duljina) je obrađena kroz njezin povijesni razvoj i njezino fizikalno značenje. Ovdje je posebno pojašnjen današnji dogovorno uspostavljeni model za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti koji je proizašao iz pojedinih značajnijih istraživanja svjetskih nacionalnih laboratorija.

U eksperimentalnom dijelu provedena su istraživanja utjecaja pojedinih veličina na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera 5030TKV po metodi Vickers. Osnova je bila razdvajanje sustava za opterećivanje i sustava za mjerenje veličine otiska kako bi se mogli analizirati pojedini utjecajni faktori s ciljem smanjenja njihove nesigurnosti mjerenja. Kod sustava za opterećivanje provedena su istraživanja i analiza pojedinih utjecaja na veličinu sile opterećivanja te je primjenjen novi model za procjenu i proračun mjernih nesigurnosti. Kao sustavi za mjerenje veličine otiska primjenjena su dva različita mjerna uređaja s procijenjenim i proračunatim mjernim nesigurnostima. Ovdje je također izmjenjen model za procjenu i proračun nesigurnosti na temelju rezultata istraživanja. Na kraju su provedena interlaboratorijska usporedna mjerenja s dva europska laboratorija od kojih je jedan nositelj nacionalnog i primanog etalona a drugi referentnog etalona tvrdoće po metodi Vickers.

Iz ovih istraživanja i njihove analize doneseni su određeni zaključci koji će u mnogome pomoći laboratorijima koji imaju referentne i primarne etalone tvrdoće po metodi Vickers pri procjeni i proračunu njihove mjerne nesigurnosti. Osim toga novi modeli za određivanje nesigurnosti koji su primjenjeni u radu bit će vjerojatno predmet istraživanja i u drugim laboratorijima te će možda imati neko značenje pri izmjeni modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće po metodi Vickers.

Ključne riječi: tvrdoća, Vickers metoda, mjerna nesigurnost, etalonski tvrdomjer, referentne etalonske pločice

SUMMARY

One of the significance parameters for ensuring the traceability of hardness measurement results is the estimation and calculation of measurement uncertainty due to influence quantities on the measurement itself. Frequently, a definition of influence quantities represents a problem, especially the quantitative determination of its influence on the measurement result. The basic goal of this dissertation was to determine the influence factors on the measurement uncertainty of hardness calibration machines and to establish a model to estimate and calculate the quantitative values of those influences.

Two primary areas have been elaborated in the theoretical part of the dissertation: measurement uncertainty and hardness. The meaning of measurement uncertainty and the basic statistical foundation for its estimation and calculation are presented in the part on measurement uncertainty. Hardness is analyzed through historical development and physical significance. This section examines especially the today's agreed model for estimation and calculation of measurement uncertainty, which has arisen from the important research of individual global and national laboratories.

In the experimental part of the dissertation, the research has been carried out regarding the influences of individual quantities influences on the measurement uncertainty of the Vickers hardness calibration machine 5030TKV. The basis was the separation of the hardness tester load realization system and the system for measuring the quantity of the indentation in order to analyze the individual influence factors with the goal of reducing their measurement uncertainty. The research and analysis of individual influences on the load of the hardness tester was carried out and the new model for estimation and calculation of the measurement uncertainty was applied.

Two different measuring devices with calculated and estimated measurement uncertainties were applied as the systems for indentation analysis. The model for estimation and calculation of uncertainties on the basis of research results was also modified. In the end, interlaboratory comparison measurements were carried out by two European laboratories, one of which is the holder of national and primary standard, and the other one is the holder of the reference Vickers calibration machine.

On the basis of this research and its analysis certain conclusions have been adopted which will help the laboratories that have reference and primary Vickers hardness calibration machines in estimation and calculation of measurement uncertainties. Moreover, new models which are applied in the dissertation for uncertainties determination will probably be subject of research in other laboratories and perhaps have significance in modification of models for the estimation and calculation of measurement uncertainty of Vickers hardness.

Key words: hardness, Vickers hardness method, measurement uncertainty, hardness calibration machines, hardness reference blocks

POPIS OZNAKA

OZNAKA	MJERNA JEDINICA	ZNAČENJE
$a_{+}; a_{-}$		poluširina intervala pojavljivanja određene vrijednosti ulazne veličine
$a_{\text{CCD-LFSB}}$	mm	rezolucija sustava za očitavanje CCD-LFSB
a_e	mV/V	poluširina intervala pojavljivanja pogreške ekscentričnosti prijenosnog etalona sile
a_{max}	mm	maksimalna dozvoljena rezolucija sustava za očitavanje
$a_{\text{I/G}}$	mm	rezolucija sustava za očitavanje I/G-258
a_t	mV/V	poluširina intervala pojavljivanja temperaturne pogreške prijenosnog etalona sile
a_s	mV/V	poluširina intervala pojavljivanja pogreške osjetljivosti prijenosnog etalona sile
a_d	mV/V	poluširina intervala pojavljivanja pogreške dodatne linearne aproksimacije prijenosnog etalona sile
b_F	%	ponovljivost mjerenja sila opterećivanja
b_z	%	ponovljivost aksijalnih sila opterećivanja u smjeru osi z
b_x	%	ponovljivost radijalnih komponenti sila opterećivanja u smjeru osi x
b_y	%	ponovljivost radijalnih komponenti sila opterećivanja u smjeru osi y
c_i		koeficijent osjetljivosti
d	mm	duljina dijagonale otiska tvrdoće
\bar{d}	mm	aritmetička sredina duljine dijagonale otiska
d_i	mm	i-ta vrijednost duljine dijagonale otiska
d_z	kg/m ³	gustoća zraka
D	kg/m ³	gustoća utega
δ_{ms}	mm	rezolucija uređaja za očitavanje veličine otiska
f		funkcijski odnos između ulazne i izlazne veličine
F	N	sila
F_{RS}	N	sila očitana na prijenosnom etalonu sile
ΔF	N	odstupanje sila opterećivanja

F_{HV10}	N	Sila opterećivanja za metodu HV10
ΔF_{\max}	N	maksimalno odstupanje sila opterećivanja
ΔF_{rel}	N	Relativno odstupanje pokazivanja sile
\bar{F}	N	srednja vrijednost sile
F_{\max}	N	maksimalni iznos sile opterećivanja
F_{\min}	N	minimalni iznos sile opterećivanja
F_H	N	sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera
F_z	N	aksijalna komponenta sile opterećivanja u smjeru osi z
F_x	N	radijalna komponenta sile opterećivanja u smjeru osi x
F_y	N	radijalna komponenta sile opterećivanja u smjeru osi y
g	m/s ²	ubrzanje sile teže
g_n	m/s ²	lokalno ubrzanje sile teže
H	HV	vrijednost izmjerene tvrdoće
\bar{H}	HV	srednja vrijednost izmjerene tvrdoće
H_c	HV	vrijednost tvrdoće etalonske pločice
ΔH_{HTMmax}	%	maksimalno dozvoljeno odstupanje etalonskog tvrdomjera
$\Delta H_{I/G}$	%	maksimalno odstupanje sustava 5030 TKV i sustava I/G-258 kao etalonskog tvrdomjera
$\Delta H_{\text{CCD-LFSB}}$	%	maksimalno odstupanje sustava 5030 TKV i sustava CCD-LFSB kao etalonskog tvrdomjera
$\Delta H_{I/G\text{-mod}}$	%	maksimalno odstupanje sustava 5030 TKV i sustava I/G-258 kao etalonskog tvrdomjera uz modificiranu vrijednost sile opterećivanja
$\Delta H_{\text{CCD-LFSB-mod}}$	%	maksimalno odstupanje sustava 5030 TKV i sustava CCD-LFSB kao etalonskog tvrdomjera uz modificiranu vrijednost sile opterećivanja
k		faktor pokrivanja
L	mm	duljina
L_{RS}	mm	vrijednost duljina očitana na objektmikrometru
ΔL	mm	odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska
$\Delta L_{I/G}$	mm	odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska I/G-258
$\Delta L_{\text{CCD-LFSB}}$	mm	odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska CCD-LFSB

ΔL_{\max}	mm	maksimalno odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska
ΔL_{rel}	mm	relativno odstupanje pokazivanja sustava za očitavanje veličine otiska
\bar{L}	mm	srednja vrijednost izmjerenih duljina
L_{cor}	mm	ispravljena vrijednost L_{RS} uslijed sustavne pogreške
M	kg	masa utega
n		broj opetovanih opažanja
N		broj ulaznih veličina X_i
P	%	razina povjerenja
q		slučajna veličina koju opisuje razdioba vjerojatnosti
\bar{q}		aritmetička sredina
q_F	%	relativno odstupanje pokazane sile
\bar{q}_F	%	aritmetička sredina relativnih odstupanja sila
$q_{F-\max}$	%	maksimalno relativno odstupanje pokazane sile
$q_{F-\min}$	%	minimalno relativno odstupanje pokazane sile
$q_{F-\text{sred}}$	%	aritmetička sredina relativnih odstupanja pokazane sile
$r(x_i, x_j)$		procijenjeni koeficijent korelacije
R_a	μm	hrapavost površine
R_{a-A}	μm	hrapavost ispitne površine etalonske pločice
R_{a-B}	μm	hrapavost naliježne površine etalonske pločice
R_H	μm	odstupanje od ravnoće etalonske pločice
$R_{a-A-\max}$	μm	maksimalna dozvoljena hrapavost ispitne površine etalonske pločice
$R_{a-B-\max}$	μm	maksimalna dozvoljena hrapavost naliježne površine etalonske pločice
$R_{H-\max}$	μm	maksimalna dozvoljeno odstupanje od ravnoće etalonske pločice
P_p	μm	odstupanje od planparalelnosti etalonske pločice
$P_{p-\max}$	μm	maksimalna dozvoljeno odstupanje od planparalelnosti etalonske pločice
s		standardno odstupanje
s_{Li}	μm	standardno odstupanje vrijednosti duljine

s_{Fi}	mV/V	standardno odstupanje vrijednosti sila
s_p^2		sastavljena ili skupna procjena varijancije
s_p		združeno eksperimentalno odstupanje
$s^2(\bar{q})$		eksperimentalna varijancija srednje vrijednosti
$s(\bar{q})$		eksperimentalno standardno odstupanje srednje vrijednosti
s_{xCRM-1}	HV	standardno odstupanje izmjerenih vrijednosti tvrdoća
$t_p(v)$		t-faktor iz Studentove razdiobe
$u(x_i)$		standardna nesigurnost procjene x_i
$u(x_i, x_j)$		procijenjena kovarijancija procjena x_i i x_j
$u^2(x_i)$		procijenjena varijancija pridružena procjeni x_i ulazne veličine X_i
$u^2(y_i)$		procijenjena varijancija pridružena procjeni y_i izlazne veličine Y_i
$u(y_i)$		standardna nesigurnost procjene y_i
$u_c^2(y)$		sastavljena varijancija pridružena procjeni y izlazne veličine
$u_c(y)$		sastavljena standardna nesigurnost procjene y
$u(H_i)$	HV	doprinos standardnoj nesigurnosti povezan uz tvrdoću H
u_F	%	sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja
U_F	%	proširena mjerna nesigurnost umjeravanja sile opterećivanja
u_{FRS}	%	relativna mjerna nesigurnost prijenosnog etalona sile
u_{FHTM}	%	relativna mjerna nesigurnost izmjerenih sila opterećivanja
u_L	%	sastavljena relativna mjerna nesigurnost optičkog mjernog sustava
U_L	%	proširena mjerna nesigurnost optičkog mjernog sustava
u_{LRS}	%	relativna mjerna nesigurnost objektmikrometra
u_{LHTM}	%	relativna standardna mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera
u_{ms}	%	relativna mjerna nesigurnost uslijed rezolucije optičkog mjernog sustava
u_{CM}	%	sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera indirektnom metodom
U_{CM}	%	proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera indirektnom metodom
u_{CRM-P}	HV	mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica
u_{xCRM-1}	HV	standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti etalonskog tvrdomjera

$u_{\text{xCRM-D}}$	HV	standardna mjerna nesigurnost obnovljivosti za primarne etalonske pločice
u_{CRM}	HV	sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica
U_{CRM}	%	proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica
$U_{\text{CCD-LFSB}}$	%	proširena mjerna nesigurnost sustava za očitavanje CCD-LFSB
$U_{\text{I/G}}$	%	proširena mjerna nesigurnost sustava za očitavanje I/G-258
$u_{\text{xCRM-2}}$	%	standardna mjerna nesigurnost izmjerenih vrijednosti tvrdoća na etalonskoj pločici
U_{HTM}	%	proširena mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera
u_{PTB}	%	standardna mjerna nesigurnost posredničkih etalona sile dobivena pri umjeravanju u PTB-u
u_{dod}	mV/V	dodatna standardna mjerna nesigurnost prijenosnog etalona sile pri umjeravanju sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera
u_t	mV/V	standardna mjerna nesigurnost uslijed promjene temperature prijenosnog etalona sile
u_s	mV/V	standardna mjerna nesigurnost osjetljivosti prijenosnog etalona sile
u_e	mV/V	standardna mjerna nesigurnost uslijed ekscentričnosti prijenosnog etalona sile
u_d	mV/V	standardna mjerna nesigurnost uslijed aproksimacije krivulje umjeravanja prijenosnog etalona sile
$u(b_F)$	%	standardna nesigurnost uslijed ponovljivosti sila opterećivanja
$u(q)$		standardna nesigurnost A-vrste
u_c	%	sastavljena standardna mjerna nesigurnost
u_{RS}	%	mjerna nesigurnost umjeravanja prijenosnog etalona sile
U	%	proširena nesigurnost procjene y izlazne veličine Y
x_i		procjena i -te mjerene ulazne veličine
X_i		i -ta mjerena ulazna veličina
y		procjena mjerene izlazne veličine Y
y_i		procjena mjerene veličine Y_i kada se određuju istim mjerenjem više mjerenih veličina
Y		mjerena izlazna veličina
\bar{Y}		aritmetička sredina vrijednosti izlazne veličine
μ_q		očekivanje srednje vrijednosti razdiobe vjerojatnosti veličine q

v	broj stupnjeva slobode
v_{eff}	stvarni broj stupnjeva slobode
R_m	N/mm ² vlačna čvrstoća

POPIS SKRAĆENICA

DKD	Deutsche Kalibrier Dienst
FSB	Fakultet strojarstva i brodogradnje
GUM	Guide to the expression of uncertainty in measurement
HBW	Tvrdoća po metodi Brinell gdje je indenter kuglica od tvrdog metala
LFSB	Laboratorij za precizna mjerenja duljine Fakulteta strojarstva i brodogradnje
LIMS	Laboratorij za ispitivanje mehaničkih svojstava
MPA -NRW	Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen
NPL	National Physical Laboratory
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt
EA	European co-operation for Accreditation
UKAS	United Kingdom Accreditation Service

POPIS SLIKA

- Slika 2.1 Ideja o ispitivanju vlačne čvrstoće žice (Leonardo da Vinci) [5]
 Slika 2.2 Ispitivanje nosivosti grede (Galileo Galilei) [5]
 Slika 2.3 Nacionalni etalon sile Njemačke u PTB-u
 Slika 2.4 Povijesni razvoj metra [10]
 Slika 2.5 Metode za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala [12]
 Slika 2.6 Metode za ispitivanje tvrdoće elastomera i ostalih polimera [12]
 Slika 2.7 Dijamantna piramida kao indenter za Vickers metodu
 Slika 2.8 Otisak pri mjerenju tvrdoće po metodi Vickers [14]
 Slika 2.9 Grafički prikaz izbora kuta 136° [12]
 Slika 2.10: Primarni etalon tvrdoće u PTB-u [12]
 Slika 2.11 Referentni etaloni tvrdoće
 Slika 2.12 Tvrdomjeri u ispitnim mjeriteljskim laboratorijima
 Slika 2.13 Mjerna sljedivost za mjernu veličinu tvrdoća [16]
 Slika 2.14 Dozvoljena odstupanja kuta nasuprotno ležećih stranica piramide
 Slika 2.15 Dozvoljena odstupanja površina piramide od kvadratnog oblika [20]
 Slika 2.16: Vrh dijamantne piramide
 Slika 3.1: Prikaz intervala nesigurnosti procjene mjerene veličine
 Slika 3.2: Grafički prikaz vrijednosti mjerene veličine, pogreške i nesigurnosti [2]
 Slika 3.3: Skalarni odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine
 Slika 3.4: Vektorski odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine
 Slika 3.5: Normalna razdioba mjerenih vrijednosti [25]
 Slika 3.6: Razdiobe pojedinačnih očitavanja i aritmetičkih sredina [26]
 Slika 3.7 Koeficijent osjetljivosti [10]
 Slika 3.8 Shematski prikaz proračuna proširene mjerne nesigurnosti GUM metodom [10]
 Slika 3.9 Lanac mjerne sljedivosti [30]
 Slika 3.10 Hijerarhija umjeravanja [31]
 Slika 4.1 Razlika u mjerenju veličine otiska između dva laboratorija [37]
 Slika 4.2 Pogreške očitavanja s obzirom na različite numeričke aperture [38]
 Slika 4.3 Razlike očitavanja uslijed subjektivnosti mjeritelja [42]
 Slika 4.4 Distribucija mjerenja otisaka Vickersove tvrdoće različitih mjeritelja [45]
 Slika 5.1: Gravimetrijska mreža 0. reda Republike Hrvatske
 Slika 5.2: Relativni gravimetar Scintrex CG-5
 Slika 5.3: Apsolutna točka AGT03 – Puntjarka (Sljeme)
 Slika 5.4: Točka gravimetrijskih i nivelmanskih mjerenja u LIMS-u
 Slika 5.5: Osnovni dijelovi sustava za opterećivanje etalonskog tvrdomjera
 Slika 5.6: Raspored pozicija za mjerenja sila opterećivanja na sustavu za opterećivanje 5030TKV
 Slika 5.7: Dijamantni indenter oznake 05281
 Slika 5.8: Izgled vrha indentora na scanning elektronskom mikroskopu
 Slika 5.9: Provjera odstupanja ravnoće površine stranice indentora 05281
 Slika 5.10: Ispitni stol sustava za opterećivanje 5030TKV
 Slika 5.11: Rezultati ispitivanja hrapavosti ispitnog stola
 Slika 5.12: Mjerenje aksijalnih i radijalnih komponenti sile opterećivanja za metodu HV50
 Slika 5.13: Uređaj za očitavanje veličine otiska I/G-258

- Slika 5.14: Način očitavanja vrijednosti dijagonale otiska na sustavu I/G-258
- Slika 5.15: Referentna mjerna skala
- Slika 5.16: Opto-električni sustav CCD-LFSB za mjerenje duljine
- Slika 5.17: Prikaz otiska na opto-električnom sustavu CCD-LFSB
- Slika 5.18: Rub otiska pri različitim izoštrenjima okulara
- Slika 5.19: Pogreška uslijed rotacije otiska
- Slika 5.20: Pogreška tvrdoće s obzirom na krivu orijentaciju izmjerene otiska [57]
- Slika 5.21: Tipovi etalonskih pločica [20]
- Slika 5.22: Interferencijski mikroskop Carl Zeiss
- Slika 5.23: Ispitivanje hrapavosti etalonskih pločica
- Slika 5.24: Položaj mjesta na kojima su provedena ispitivanja hrapavosti
- Slika 5.25: Mjerenje planparalelnosti etalonskih pločica
- Slika 5.26: Raspored otisaka po etalonskoj pločici
- Slika 5.27: Njemački nacionalni etalon tvrdoće za metodu HV1
- Slika 5.28: Nacionalni etalon tvrdoće Njemačke za metode HV3 do HV50
- Slika 5.29: Scanning elektronski mikroskop TESCAN
- Slika 5.30: Pogreške na ispitnoj površini etalonske pločice
- Slika 5.31: Nehomogenosti na površini etalonske pločice
- Slika 5.32: Nečistoće na etalonskoj pločici
- Slika 6.1: Odstupanja sila opterećivanja pri preliminarnim istraživanjima u INDENTEC-u
- Slika 6.2: Odstupanja sila opterećivanja pri preliminarnim istraživanjima u LIMS-u
- Slika 6.3: Odstupanja sila opterećivanja za metodu HV10 primjenom novog modela provjere sila
- Slika 6.4: Udjeli pojedinih mjernih nesigurnosti pri umjeravanju sila za metodu HV10 primjenom različitih etalona sile i novog modela umjeravanja
- Slika 6.5: Odstupanja sila opterećivanja za metodu HV50 primjenom novog modela provjere sila
- Slika 6.6: Udjeli pojedinih mjernih nesigurnosti pri umjeravanju sila za metodu HV50 primjenom različitih etalona sile i novog modela umjeravanja
- Slika 6.7: Dijagramski prikaz rasipanja srednjih vrijednosti aksijalnih sila sustava 5030TKV
- Slika 6.8: Ponovljivost mjerenja aksijalnih sila sustava 5030TKV
- Slika 6.9: Dijagramski prikaz srednjih vrijednosti i ponovljivosti radijalnih sila sustava 5030TKV
- Slika 6.10: Rezolucije i maksimalno odstupanje sustava za očitavanje veličine otiska
- Slika 6.11: Razlike uslijed subjektivnosti mjeritelja na mjernom sustavu I/G-258
- Slika 6.12: Dijagramski prikaz udjela odstupanja i proširene mjerne nesigurnosti u maksimalnom odstupanju etalonskog tvrdomjera (u apsolutnim iznosima)
- Slika 6.13: Dijagramski prikaz udjela odstupanja i proširene mjerne nesigurnosti u maksimalnom odstupanju etalonskog tvrdomjera (u relativnim iznosima)
- Slika 6.14: Grafički prikaz promjene maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera uslijed uvrštavanja stvarnih vrijednosti sile u izračun vrijednosti tvrdoće
- Slika 6.15: Interpolacijske krivulje proširene mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera
- Slika 6.16: Dijagramski prikaz proširenih mjernih nesigurnosti i maksimalnih odstupanja etalonskog tvrdomjera za metodu HV10

- Slika 6.17: Dijagramski prikaz proširenih mjernih nesigurnosti i maksimalnih odstupanja etalonskog tvrdomjera za metodu HV30
- Slika 6.18: Analiza rezultata provjere hrapavosti, ravnoće i planparalelnosti etalonskih pločica za interkomparacijska mjerenja
- Slika 6.19: Dijagramski prikaz rasipanja rezultata umjeravanja etalonske pločice IN40211G za metodu HV10 pri međulaboratorijskim usporednim mjerenjima
- Slika 6.20: Dijagramski prikaz rasipanja rezultata umjeravanja etalonske pločice IN60115G za metodu HV10 pri međulaboratorijskim usporednim mjerenjima
- Slika 6.21: Histogramski prikaz srednjih vrijednosti tvrdoća kroz interkomparacijska mjerenja
- Slika 6.22: Histogramski prikaz proširene mjerne nesigurnosti kroz interkomparacijska mjerenja
- Slika 6.23: Nejednolika deformacije otiska u svim smjerovima na pločici IN40219G pri opterećenju $F = 294,41 \text{ N}$ (HV 30)
- Slika 6.24: Topografija površine etalonske pločice nakon mjerenja tvrdoće
- Slika 6.25: Ilustracija "piling-up" i "skining-in" problema [11]
- Slika 6.26: Odstupanje od kvadratičnosti kod otiska na etalonskoj pločici 33P1831 pri primjeni metode HV3

POPIS TABLICA

Tablica 2.1	Značajne godine u razvoju jedinice metra te postignute netočnosti [10]
Tablica 2.2	Prve publikacije o normama za pojedinu metodu u različitim zemljama [11]
Tablica 2.3	Povijesni razvoj metoda mjerenja tvrdoće [12]
Tablica 2.4	Mohs-ova skala tvrdoće za minerale [13]
Tablica 2.5	Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu [15]
Tablica 2.6	Dozvoljene dužine brida na vrhu dijamantne piramide [20]
Tablica 2.7	Rezolucija sustava za očitavanje i dozvoljena odstupanja [20]
Tablica 2.8	Zahtjevi na ispitni ciklus [20]
Tablica 2.9	Maksimalno dozvoljeno rasipanje vrijednosti umjeravanja etalonske pločice [20]
Tablica 4.1	Izvori mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće [23]
Tablica 4.2:	Prikaz središnjeg rasporeda veličina procjena, standardnih nesigurnosti, koeficijenta osjetljivosti i doprinosa nesigurnosti koji se primjenjuje u analizi nesigurnosti kod mjerenja tvrdoće [23]
Tablica 5.1	Preliminarna mjerenja sila opterećivanja u tvrtki INDENTEC
Tablica 5.2	Mjeriteljski i okolišni uvjeti pri provjeri sila opterećivanja u LIMS-u
Tablica 5.3	Ispitivanja sila opterećivanja u LIMS-u nakon instalacije sustava 5030-TKV
Tablica 5.4	Mjeriteljski uvjeti umjeravanja sile opterećivanja za metodu HV10
Tablica 5.5	Rezultati umjeravanja sila opterećivanja za metodu HV10
Tablica 5.6	Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV10
Tablica 5.7	Rezultati provjere indentora serijski broj 05281
Tablica 5.8	Rezultati ispitivanja aksijalnih i radijalnih komponenti sila opterećivanja za metodu HV50 na etalonskoj pločici IN40452G
Tablica 5.9	Rezultati provjere optičkog mjernog mikroskopa I/G-258 u INDENTEC-u
Tablica 5.10	Rezultati umjeravanja sustava za očitavanje I/G-258 s LFSB-ovom mjernom skalom
Tablica 5.11	Rezultati umjeravanja sustava za očitavanje I/G-258 s LFSB-ovom mjernom skalom s izvršenom korekcijom
Tablica 5.12	Rezultati drugog dana umjeravanja sustava za očitavanje I/G-258
Tablica 5.13	Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10

Tablica 5.14	Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10
Tablica 5.15	Utjecaj korekcije sile opterećivanja na rezultate indirektnog umjeravanja primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10
Tablica 5.16	Osnovni podaci o etalonskoj pločici IN60115G za metodu HV10
Tablica 5.17	Rezultati mjerenja odstupanja od ravnosti etalonske pločice IN60115G
Tablica 5.18	Rezultati ispitivanja hrapavosti etalonske pločice IN60115G
Tablica 5.19	Rezultati ispitivanja planparalelnosti etalonske pločice IN60115G
Tablica 5.20	Mjerne sposobnosti Nacionalnog laboratorija Njemačke za tvrdoću [12]
Tablica 5.21	Rezultati interkomparacijskih mjerenja za metodu HV10 u INDENTEC-u
Tablica 5.22	Rezultati interkomparacijskih mjerenja za metodu HV10 u PTB-u
Tablica 5.23	Rezultati interkomparacijskih mjerenja za metodu HV10 na sustavima 5030TKV - I/G-258
Tablica 5.24	Rezultati interkomparacijskih mjerenja za metodu HV10 na sustavima 5030TKV – CCD-LFSB
Tablica 6.1:	Rezultati umjeravanja ostalih opterećenja primjenom novih modela ispitivanja i procjene mjerne nesigurnosti
Tablica 6.2:	Usporedba utjecaja sile opterećivanja na izračun vrijednosti tvrdoće
Tablica 6.3:	Vrijednosti sile te njihova ponovljivost po z, x i y osi
Tablica 6.4:	Rezultati umjeravanja primarnim etalonskim pločicama za metode HV10 i HV30
Tablica 6.5:	Srednje vrijednosti dijagonala očitanih sustavom I/G-258 kod indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera
Tablica 6.6:	Rezultati umjeravanja primarnim etalonskim pločicama za metode HV10 i HV30 s primjenjenom korekcijom sile i ubrzanja sile teže
Tablica 6.7:	Proširena mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera
Tablica 6.8:	Rezultati interlaboratorijskih mjerenja za metode HV10 i HV30
Tablica 6.9:	Ostali rezultati interlaboratorijskih mjerenja

1. UVOD

1.1 Problematika etalonskih tvrdomjera

Po definiciji tvrdoća je otpornost materijala prema prodiranju drugog, znatnije tvrdog tijela. Ispitivanje tvrdoće je vjerojatno najčešće uporabljeno ispitivanje nekog mehaničkog svojstva, unatoč tome što mehanička svojstva utvrđena ispitivanjem tvrdoće nisu fizikalno jednoznačne veličine. Ispitivanje tvrdoće tek neznatno oštećuje površinu ispitivanog predmeta pa se općenito može svrstati među nerazorna ispitivanja. Osnovni princip mjerenja kod većine metoda je mjerenje veličine ili dubine otiska što ga indenter, opterećen nekom silom, načini u ispitivanom materijalu.

Tvrdoća je primjer fizikalnog pojma koji se ne može kvantificirati bez referencijske ljestvice za mjernu metodu odnosno ona nema jedinicu koja je neovisna o takvoj metodi. Stoga se veličina "tvrdoća" razlikuje od klasičnih mjerljivih veličina (masa, duljina, itd.) po tome što se ne može uvrštavati u jednadžbe za određivanje drugih mjerljivih veličina (iako se katkad upotrebljava u iskustvenim jednadžbama). Iskazana vrijednost tvrdoće je najčešće funkcija (ovisno o referencijskoj ljestvici) dimenzije otiska indentora.

Jedan od najvećih problema postizanja mjerne sljedivosti kod metoda za mjerenje tvrdoća je ostvarenje etalonskog uređaja. Poznato je da se etalon definira kao mjera, mjerilo ili mjerni sustav namijenjen definiranju, ostvarenju ili obnavljanju jedinice odnosno jedne ili više poznatih vrijednosti fizikalne veličine radi prenošenja usporedbom tih vrijednosti na druga mjerila [1]. Kako je tvrdoća veličina koja nema međunarodno priznati etalon (kao npr. 1 kilogram ili 1 metar), mnoge zemlje da bi ostvarile mjernu sljedivost na području mjerenja tvrdoće izrađuju nacionalne etalone

te ih provjeravaju prema modelu međulaboratorijske usporedbe. S obzirom na sve veće zahtjeve na razinu točnosti pri mjerenju tvrdoće te potrebom za ostvarivanje sljedivosti, neophodno je postojanje etalonskog tvrdomjera i u Hrvatskoj.

Etalonski uređaji za tvrdoću u principu se sastoje od dvije mjerne komponente koje mjere ili ostvaruju vrijednosti različitih fizikalnih veličina (sila i duljina), a kao jedna cjelina u konačnici daju vrijednost treće fizikalne veličine (tvrdoća). Prema tome te dvije komponente moraju ostvarivati slijedeće:

1. odgovarajuće opterećenje (silu) i
2. mogućnost mjerenje učinka ostvarenog djelovanjem opterećenja preko indentora na ispitni uzorak.

Odgovarajuće opterećenje se postiže konstrukcijski različitim sustavima za opterećivanje, čiji je primarni zadatak da aksijalno opterećenje prenesu preko indentora na ispitivani uzorak. Kvaliteta ovih sustava ovisi u prvom redu o konstrukcijskom rješenju ostvarivanja opterećenja (kao npr. utezi, polužni sustavi, deformacijsko tijelo, opruge). Sustav za mjerenje veličine otiska ili dubine prodiranja indentora, ovisno o metodi mjerenja tvrdoće, je komponenta etalonskog tvrdomjera kojom se mjere dimenzije otiska što ga je ostvario sustav za opterećivanje utiskivanjem indentora u ispitni uzorak (veličina promjera kalote, dijagonale baze otiska četverostrane piramide ili dubina prodiranja indentora u materijal).

Općenito, mjerni rezultat bilo koje veličine je potpun samo ako on sadrži vrijednost pridruženu mjerenoj veličini i mjernu nesigurnost pridruženu toj vrijednosti [2]. Mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera ovisi o čitavom nizu utjecajnih veličina od kojih su ovdje nabrojene samo neke:

- sustav za opterećivanje:
 - mjerna metoda,
 - mogućnosti ostvarenja sile (nesigurnost ostvarivanja sile, brzina opterećivanja, odstupanje od vertikalne osi, vibracije),
 - konstrukcijski utjecaji (okvir, deformacija i kvaliteta površine postolja za smještaj ispitnog uzorka),
- indentor:
 - geometrija,
 - hrapavost,
 - odstupanje od oblika;
- sustav za mjerenje veličine otiska:
 - odstupanje mjerenja duljine,
 - povećanje,
 - zakrivljenost slike otiska,
 - nesigurnost optičkog sustava;
- okolišni uvjeti (temperatura, vlaga);
- mjeritelj (subjektivnost mjerenja).

Iz ovog je vidljivo da na mjernu nesigurnost etalonskog uređaja za mjerenje tvrdoće djeluje velik broj utjecajnih veličina. Utjecaj nekih ovih veličina je moguće procijeniti i

kvantificirati kroz provođenje opetovanih mjerenja u uvjetima ponovljivosti, dok kod drugih je potrebno dati znanstvenu prosudbu koja bi se temeljila na svim mogućim raspoloživim podacima.

Nesigurnost mjernog rezultata, dobivenog na etalonskom uređaju za tvrdoću, odražava pomanjkanje potpuna znanja o vrijednosti mjerene veličine. Kako se ovdje radi o uporabi dva sustava od kojih svaki pridonosi određenu nesigurnost, postavlja se pitanje koliko usavršavanje jednog od njih, kao zasebne cjeline, pospješuje poboljšanje mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera, ali isto tako koliko pridonose i pojedine utjecajne veličine svakog sustava.

Poznato je da se trenutno najbolja postiziva vrijednost relativne mjerne nesigurnosti mjerila sile kreće u granicama do 2×10^{-5} . No zbog konstrukcijskog rješenja danas postojeći sustavi opterećivanja etalonskih uređaja za tvrdoću tu vrijednost nisu u stanju dostići. S druge strane sustavi za mjerenje veličine otiska, odnosno sustavi za mjerenje duljine koji su namijenjeni za mjerenje veličine otiska, postižu vrijednosti mjerne nesigurnosti unutar jednog mikrometra.

Analizirajući sposobnosti etalonskih tvrdomjera akreditiranih laboratorija te nacionalnih etalona tvrdoće na međunarodnoj razini došlo se do slijedećih saznanja:

- da je vrlo mali broj etalonskih uređaja s razdvojenim sustavima, a neki od njih su trenutno u fazi izrade;
- sustav za opterećivanje - najbolje trenutno postizive karakteristike moguće je postići primjenom mehanizma s direktnim opterećivanjem pomoću utega ali i da se konstrukcijskim rješenjima znatno može utjecati na mjernu sposobnost tog sustava;
- određivanja veličine otiska - ovisi o sustavu za mjerenje duljine. Primjenom novijih generacija optičkih sustava za mjerenje duljine, može se postići znatno smanjenje vrijednosti mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće.

1.2 Hipoteza rada

U principu, današnji etalonski tvrdomjeri (koje posjeduje vrlo mali broj zemalja) izrađeni su kao jedna cjelina. Ovo otežava provedbu rekonstrukcije takvih uređaja u cilju poboljšavanja mjeriteljskih sposobnosti odnosno smanjenju utjecaja pojedinih veličina te smanjenju nesigurnosti koje one proizvode. Analizom mogućnosti opreme za mjerenje tvrdoće u Republici Hrvatskoj, došlo se do saznanja da nema uređaja koji bi barem i svojom rekonstrukcijom mogao postići karakteristike nacionalnog etalona.

Iz ovih razmatranja te samog postupka mjerenja tvrdoće, postavlja se slijedeća hipoteza predložene disertacije:

Razdvajanjem sustava za opterećivanje i sustava za mjerenje veličine otiska kao zasebnih cjelina moguće je postići odnosno približiti se graničnim vrijednostima mjernih nesigurnosti za pojedinu fizikalnu veličinu koju oni određuju. Ovim pristupom će biti omogućena analiza pojedinih utjecajnih veličina te kvantifikacija mjernih nesigurnosti uslijed tih utjecaja na sile opterećivanja i vrijednosti izmjerene duljine dijagonale otiska pri mjerenju

tvrdće Vickers metodom. Na temelju postavke o razdvajanju sustava opterećivanja i sustava za očitavanje veličine otiska moguće je postići bolju mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera te odrediti opravdanost usavršavanja pojedinog sustava kako bi u konačnici etalonski tvrdomjer postigao manju mjernu nesigurnost mjerenja tvrdće.

1.3 Organizacija istraživanja

Osmišljen je sustav istraživanja koji osigurava podatke i rezultate potrebne za provedbu procjene i proračuna mjernih nesigurnosti pojedinih utjecaja na rezultate mjerenja tvrdće etalonskog tvrdomjera te time i provjeru pretpostavljene hipoteze. Za dobivanje tih podataka nužna je provedba određenih laboratorijska ispitivanja.

U teorijskom dijelu ovog rada prikazan je opći pregled značenja pojmova tvrdće i mjerne nesigurnosti. Prvenstveno je dan naglasak na metodu po Vickersu te procjenu i proračun mjernih nesigurnosti uslijed utjecaja pojedinih faktora na mjerenje tvrdće ovom metodom. U eksperimentalnom dijelu provedena je analiza pojedinih utjecajnih faktora na nesigurnost mjerenja etalonskog tvrdomjera instaliranog u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. S obzirom na provedene analize i ispitivanja, rad bi se mogao podijeliti na karakteristične faze u kojima je provedeno sljedeće:

- Analiza konstrukcijskih rješenja sustava za opterećivanje - ovdje će se razmatrati postojeći sustavi te mogućnosti njihova poboljšanja kako bi se približili graničnoj vrijednosti nesigurnosti postizanja određene vrijednosti sile.
- Provedba ispitivanja utjecaja pojedinih faktora na sustave za opterećivanje te procjena i proračun njihovih mjernih nesigurnosti. Primjena novih matematičkih modela te njihova usporedba s postojećim.
- Analiza različitih sustava za očitavanje veličine otiska. Primjena video sustava Olympus, koji i u svjetskim razmjerima na području mjerenja duljine ima veliki značaj u osiguranju lanca mjerne sljedivosti.
- Procjena i proračun mjernih nesigurnosti pojedinih utjecajnih veličina na sustav za očitavanje veličine otiska.
- Razrada matematičkog modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera s uvedenim novim modelima za procjenu i proračun utjecaja pojedinih izvora nesigurnosti. Verifikacija odnosno validacija postignutih rezultata kroz međulaboratorijska usporedna mjerenja na međunarodnoj razini.
- Analiza svih rezultata te donošenje zaključaka o udjelima pojedinih mjernih nesigurnosti, posebno o udjelima mjernih nesigurnosti procijenjenih na temelju znanstvene prosudbe.

2. MJERENJE TVRDOĆE

2.1 Općenito

Prema jednoj općoj definiciji, tvrdoća je otpornost materijala prema prodiranju drugog znatnije tvrdog tijela. Ispitivanje tvrdoće je vjerojatno najčešće uporabljeno ispitivanje nekog mehaničkog svojstva, unatoč tome što mehanička svojstva utvrđena ispitivanjem tvrdoće ne predstavljaju fizikalno jednoznačno definirane veličine. Tvrdoća je u korelaciji s nekim drugim mehaničkim svojstvima što se prvenstveno odnosi na vlačnu čvrstoću (posebice kod općih konstrukcijskih čelika i sivog lijeva) te otpornost na abrazijsko trošenje i druga. Tako postoje izrazi koji na temelju izmjerene vrijednosti tvrdoće daju procjenu vrijednosti pojedinih mehaničkih svojstava (za čelike izrazi 3.1 i 3.2) [3]:

$$R_m \cong 3,55 \times HB \quad (HB \leq 175) \quad (2.1)$$

$$R_m \cong 3,38 \times HB \quad (HB > 175) \quad (2.2)$$

Ovdje je potrebno napomenuti da ovi izrazi vrijede za tvrdoće izmjerene uz primjenu sile opterećivanja od 29420 N (3000 kg).

Vrijednost tvrdoće je rezultat mjerenja provedenog na ispitnom uzorku pod standardnim uvjetima i zasnovana je na dogovorenim konvencijama. Određivanje tvrdoće se u osnovi obavlja u dva koraka:

1. utiskivanje indentora u ispitni uzorak pod propisanim uvjetima i
2. određivanje karakterističnih dimenzija otiska (srednja vrijednost promjera, srednja vrijednost dijagonale ili dubina otiska).

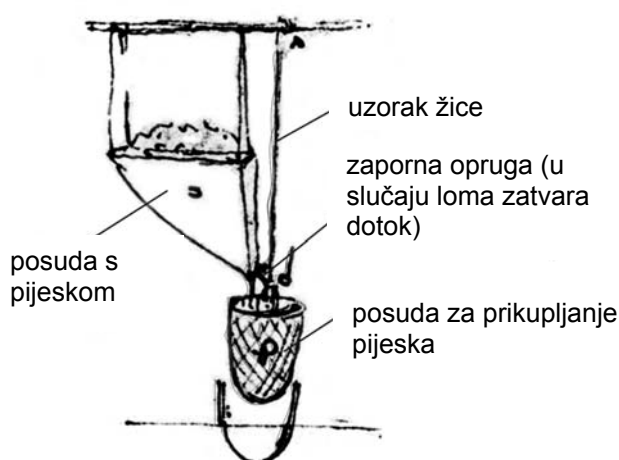
Ispitivanje tvrdoće tek neznatno oštećuje površinu ispitivanog predmeta pa se općenito može svrstati među nerazorna ispitivanja. Za samo ispitivanje ne treba izraditi posebnu epruvetu (ispitni uzorak) nego samo odgovarajuće pripremiti plohe uzorka ili strojnog dijela. Uređaji za mjerenje tvrdoće (tvrdomjeri) u pravilu su jednostavniji i jeftiniji od nekih drugih uređaja za ispitivanje mehaničkih svojstava (na primjer kidalica). Osnovni princip mjerenja kod većine metoda je mjerenje veličine ili dubine otiska što ga načini indenter (penetrator ili utiskivač) u ispitivanom materijalu opterećen nekom silom. Te su metode pogodne za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala kod kojih je moguća neka plastična (trajna) deformacija.

Indentori su oblika kuglice, stošca ili piramide, a izrađeni su od tvrdih materijala (kaljeni čelik, tvrdi metal ili dijamant). Kod materijala koji imaju vrlo malu ili nikakvu mogućnost plastične deformacije (polimeri odnosno guma) razvili su se postupci mjerenja tvrdoće gdje se deformacija materijala mjeri u trenutku djelovanja sile [4].

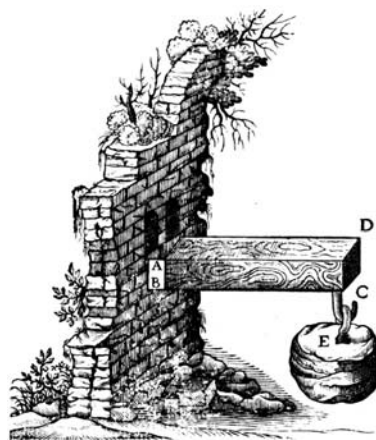
Većina danas korištenih metoda mjerenja tvrdoće bazira se na mjerenju veličine otiska ili dubine prodiranja indentora određenog oblika pa je i mjerenje tvrdoće direktno povezano s mjerenjem dviju fizikalnih veličina, a to su duljina i sila. No ovdje se može postaviti pitanje da li se fizikalna veličina tvrdoća razvila na temeljima mjerenja duljine i sile odnosno proizašla iz njih ili se je samostalno razvijala. Stoga je zgodno dati prikaz povijesnog razvoja svih triju mjernih veličina, te danas najbolje postizive mjerne nesigurnosti pri mjerenju tih veličina.

2.1.1 Povijesni razvoj mjerenja sile

Prvi pisani tragovi o mjerenjima sile datiraju još iz 15.stoljeća kada je umjetnik Leonardo da Vinci izradio studiju o opterećenju savijanjem, koja polazi od pokušaja objašnjenja savijanja užeta preko koluta. Svoja razmišljanja o ispitivanju vlačne čvrstoće žice prikazao je skicom (slika 2.1). Gotovo stotinu godina kasnije Galileo Galilei ispituje nosivost grede jednostrano pričvršćene užetom za zid (slika 2.2) a svoje rezultate formulirao je u fizikalnoj rečenici: "Čvrstoća raste proporcionalno širini, ali s kvadratom visine grede". R. Hooke 1678. godine, nakon odgovarajućih pokusa s čeličnim oprugama, spozna je zakon proporcionalnosti između sile i promjene oblika [5].



Slika 2.1: Ideja o ispitivanju vlačne čvrstoće žice (Leonardo da Vinci) [5]



Slika 2.2: Ispitivanje nosivosti grede (Galileo Galilei) [5]

Sila je matematički predstavljena kao vektor koji djeluje u određenoj točki. Stoga mjerenje sile uključuje određivanje njene veličine i smjera djelovanja. Mjerenje sile može se provesti jednom od ove dvije metode:

- direktna ili
- indirektna [6].

Direktna metoda obuhvaća izravnu usporedbu s poznatom gravitacijskom silom utega standardne mase. Vrijednosti mase i gravitacije moraju biti točno poznate. Indirektna metoda obuhvaća mjerenje učinka sile na neko tijelo. Primjeri primjene ove metode su:

- mjerenja akceleracije tijela s poznatom masom koje je izloženo djelovanju sile,
- mjerenje rezultantnog učinka (deformacije) kada se silom djeluje na elastične elemente.

Današnji primarni etaloni sile isključivo koriste mehanizam opterećivanja direktno utezima (direktna metoda). Na slici 2.3 je prikazan jedan takav nacionalni etalon sile Njemačke.



Slika 2.3: Nacionalni etalon sile Njemačke u PTB-u

Sila koju uteg određene mase ostvaruje na zraku izračunava se pomoću jednadžbe [7]:

$$F = \frac{M \times g}{9,80665} \times \left(1 - \frac{d_z}{D} \right) \quad (2.3)$$

gdje je :

F – sila, N

M – masa utega, kg

g – lokalna akceleracija zbog gravitacije, m/s^2

d_z – gustoća zraka, kg/m^3

D – gustoća utega, kg/m^3

Nesigurnosti mjerenja sile, koja je ostvarena na nacionalnim institutima za metrologiju, derivirane su iz osnove SI jedinica i osigurane pomoću nekoliko međunarodnih usporedbi koje su provedene diljem svijeta u posljednja dva desetljeća. Relativna nesigurnost mjerenja, s kojom vrijednost sile može biti realizirana utezima kao mehanizmom ostvarenja sile i utemeljena u različitim nacionalnim laboratorijima, iznosi kao vrijednost $\leq 2 \times 10^{-5}$. Ovo je i dokazano na međunarodnim laboratorijskim usporedbama koje su provedene 1987. i 1991. godine [8 i 9].

2.1.2 Povijesni razvoj mjerne jedinice duljine

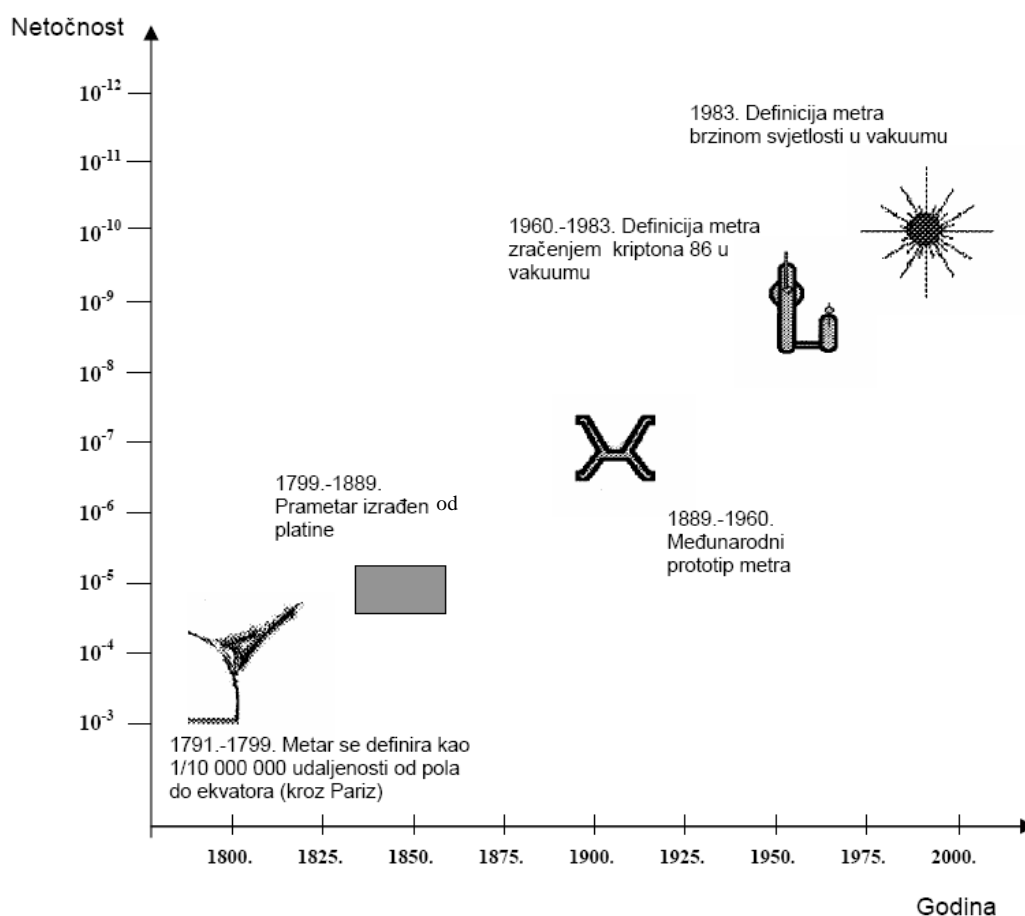
U razvoju ljudske civilizacije potreba za mjerenjem duljine javila se u dalekoj povijesti. Već se u Noino doba lakat koristio za mjerenje duljine. Tako definirano mjerilo puno puta je bilo vrlo korisno jer je bilo uvijek dostupno i nije se moglo zagubiti. Osim lakta za mjerenje dužine koristili su se i ostali dijelovi ljudskog tijela kao što su: stopa, ruka, palac i dr. U cilju unifikacije mjera, godine 1790, francuska Akademija pokreće projekt jedinstvenog sustava mjera. Posebna komisija najuglednijih učenjaka predložila je decimalni metrički sustav jedinica koji se oslanja na prirodne pramjere.

“Odlučeno je da se za jedinicu duljine metričkog sustava odabere 10-milijunti dio zemaljskog meridijana između sjevernog pola i ekvatora, koji prolazi kroz Pariz” [10].

Duljina od jednog metra materijalno je izrađena od platine (arhivski metar) i 1799. godine pohranjena u arhivu Republike Francuske. Tokom vremena metarski sustav, utemeljen na prirodi i prirodnim pojavama, pokazao se kao neprihvatljiv. Kako su se razvijale mjerne metode i mjerni uređaji povećavala se i točnost mjerenja pa je trebalo vršiti nova mjerenja duljine zemaljskog meridijana, a to dovodi i do novih vrijednosti materijalnih pramjera. Najznačajniji događaji u povijesti metra prikazani su tablicom 2.1 i slikom 2.4.

Tablica 2.1: Značajne godine u razvoju jedinice metra te postignute netočnosti [10]

Redni broj	Godina	Definicija	Netočnost
1.	1791.	Metar je jednak 10-milijuntom dijelu zemaljskog meridijana između sjevernog pola i ekvatora, koji prolazi kroz Pariz.	$\pm(150-200) \mu\text{m}$
2.	1799.	Platinski prametar je štap pravokutnog presjeka čiji su krajevi udaljeni točno 1 metar pri temperaturi 0°C .	$\pm(10-20) \mu\text{m}$
3.	1889.	Jedinica duljine je metar koji je pri temperaturi 0°C definiran razmakom između dvije srednje crtice na pramjeri metra, pohranjenoj u Međunarodnom birou u Sevrusu.	$\pm(0,2) \mu\text{m}$
4.	1960.	Metar je duljina jednaka 1650763,73 duljine vala u vakuumu zračenja koje odgovara prijelazu između razina $2p_{10}$ i $5d_5$ atoma kriptona 86.	$\pm(0,004) \mu\text{m}$
5.	1983.	Metar je jednak duljini puta koji svjetlost prijeđe u vakuumu za vrijeme od $1/299\,792\,458$ dijela sekunde.	$\pm(0,0001) \mu\text{m}$
	2000.		$\pm(0,000025) \mu\text{m}$



Slika 2.4: Povijesni razvoj metra [10]

2.1.3 Povijesni razvoj mjerenja tvrdoće

Mjerenje tvrdoće je relativno stari postupak i prva mjerenja tvrdoće datiraju još iz 17. stoljeća. Tijekom vremena stalno su se razvijale nove metode ili poboljšavale (modificirale) stare metode. U tablici 2.2 je prikazan kronološki nastanak prvih publikacija o normama za pojedinu metodu u različitim zemljama svijeta, a u tablici 2.3 dan je pregled povijesnog razvoja mjerenja tvrdoće.

Iz navedenih činjenica povijesnog razvoja pojedinih mjernih veličina može se zaključiti da se veličina tvrdoća, iako ovisna o mjerenju veličina sile i duljine, samostalno razvijala.

Tablica 2.2: Prve publikacije o normama za pojedinu metodu u različitim zemljama [11]

Metoda	Njemačka	Velika Britanija	SAD	Francuska	ISO
Brinell	1942	1937	1924	1946	1981
Rockwell	1942	1940	1932	1946	1986
Vickers	1940	1931	1952	1946	1982
Knoop	-	-	1969	-	1993

Tablica 2.3: Povijesni razvoj metoda mjerenja tvrdoće [12]

Godina	Opis
1640	Barba: ocjenjivanje tvrdoće čelika pomoću turpije
1722	Reaumur: određivanje tvrdoće čelika kroz pravljenje ureza pomoću različitih minerala
1801	Hauy: Sistem tvrdoće pomoću riseva sa skalom od četiri stupnja
1820	Mohs postavlja risnu skalu tvrdoće s 10 stupnjeva
1874	Uchatius: ocjenjuje tvrdoću bronce s 25 centimetara visokim padajućim dlijetom (dinamička metoda mjerenja tvrdoće)
1900	Brinell: otkriva metodu gdje je indenter kuglica, po njemu je ova metoda i dobila ime
ca. 1905	Martens: otkriva princip penetracije indentora u ispitni uzorak s istovremenim mjerenjem sile i dubine prodiranja indentora
1907	Shore: odskočni postupak za čelike
1920	Rockwell: Postupak mjerenja tvrdoće s uporabom predopterećenja i mjerenja dubine prodiranja indentora
1925	Smith i Sandland otkrivaju Vickers metodu mjerenja tvrdoće
1939	Knoop
1950	Berkovich: trokutna piramida

Prvu metodu za mjerenje tvrdoće, koja je klasificirala različite materijale u određene razrede tvrdoće, razvio je još početkom devetnaestog stoljeća Friedrich Mohs (1773 – 1839) njemački geolog/mineralog. U tablici 2.4 prikazano je svrstavanje materijala u razrede tvrdoće 1 do 10 po Mohs-u.

Tablica 2.4: Mohs-ova skala tvrdoće za minerale [13]

Tvrdoća	Mineral	Primjeri materijala odgovarajuće tvrdoće iz svakodnevne primjene
10	Dijamant (C)	Sintetički dijamant
9	Korund (Al_2O_3)	Rubin
8	Topaz ($\text{Al}_2\text{SiO}_4(\text{OH}^-, \text{F}^-)_2$)	Brusni papir
7	Kvarc (SiO_2)	Čelični nož
6	Ortoklas / Feldspat (KAlSi_3O_8)	Oštrica džepnog nožića
5	Apatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}^-, \text{Cl}^-, \text{F}^-)$)	Staklo
4	Fluorit (CaF_2)	Čelični čavao
3	Kalcit (CaCO_3)	Brončana kovanica
2	Gips ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	Nokat na prstu
1	Talk ($\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$)	Milovka

Prema Mohsovoj skali materijali su svrstani u 10 razreda tvrdoće, ali ona vrijedi samo za minerale. Podjela je načinjena na takav način da se materijal (mineral) u nekom razredu daje zastrugati s materijalom iz višeg razreda tvrdoće koji slijedi. Mohsova metoda odnosno skala ne primjenjuje se za mjerenje tvrdoće tehničkih materijala. Na tom području razvijen je čitav niz metoda ispitivanja tvrdoće.

Kako svaka metoda mjerenja tvrdoće ima svoju mjernu skalu odnosno jedinicu, vrlo veliki su problemi pri ostvarenju sljedivosti za tu fizikalnu veličinu. U stvarnosti to znači da svaka metoda ima svoj lanac sljedivosti. S obzirom na današnji broj metoda mjerenja tvrdoće za mnoge od njih nisu još uspostavljeni međunarodno priznati etaloni. Kada se govori o nesigurnosti mjerenja tvrdoće ona je vezana uz primijenjenu metodu i vrijednosti iste moguće je uspoređivati samu unutar mjerne skale za tu metodu. Kako se ovaj rad odnosi na metodu Vickers, onda će o etalonima tvrdoće za ovu metodu te njihovim mjernim sposobnostima biti više objašnjeno u poglavlju 2.2.

2.1.4 Metode ispitivanja tvrdoće

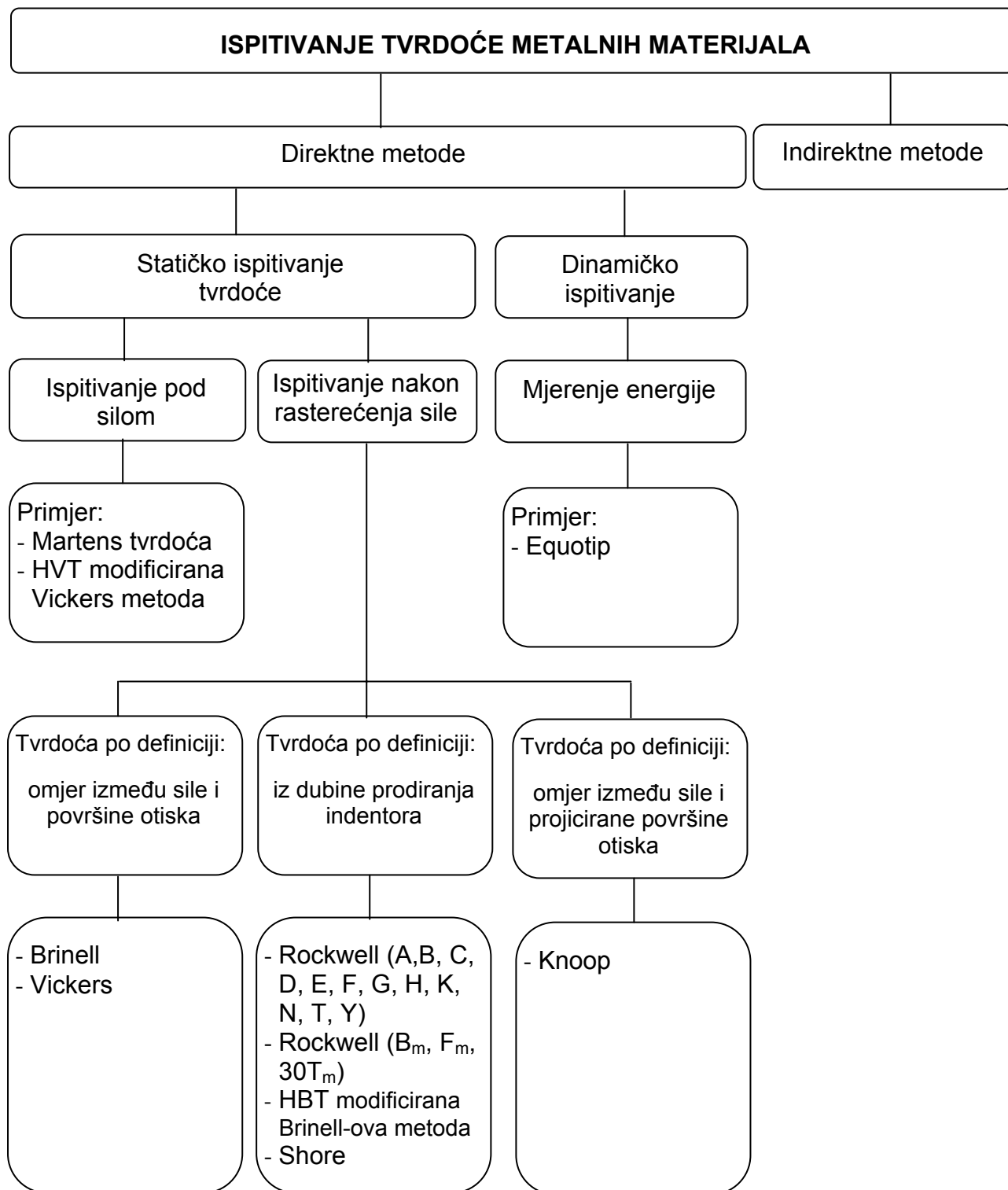
Na području mjerenja tvrdoće koristi se veliki broj metoda i opreme, a izbor metode kojom će biti provedena ispitivanje tvrdoće najčešće se provodi prema vrsti materijala. Mjerenje tvrdoće je korisno ako su dobiveni rezultati na različitim mjestima kompatibilni u okviru određenog intervala mjerne nesigurnosti.

S obzirom na materijale za koje se primjenjuju, metode za ispitivanje tvrdoće mogu se svrstati u dvije osnovne skupine:

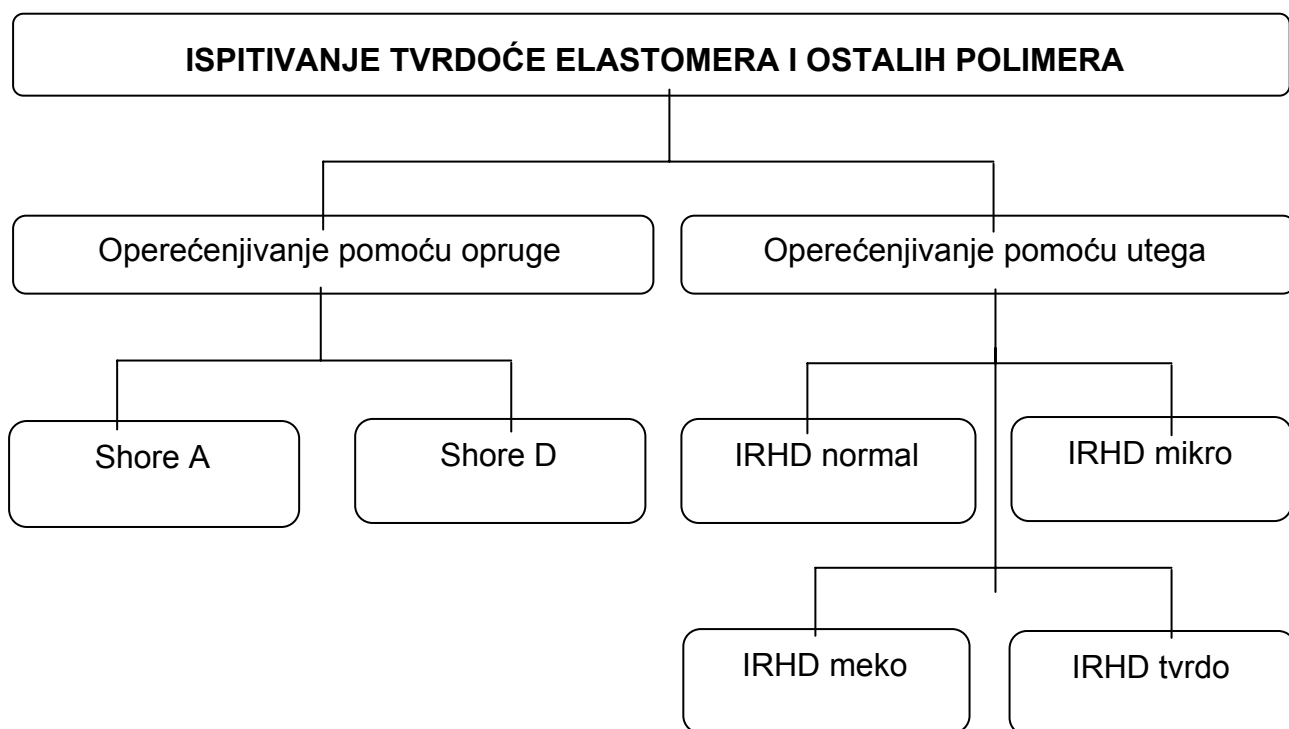
- a) metode za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala
- b) metode za ispitivanje tvrdoće elastomera i ostalih polimera.

Na slikama 2.5 i 2.6 su prikazane metode za svaku ovu grupu materijala.

Danas najčešće primjenjivane metode za mjerenje tvrdoća su Brinell, Vickers i Rockwell kod kojih je osnova statičko djelovanje sile. Kod nekih drugih rjeđe primjenjivanih postupaka mjerenja tvrdoće, djelovanje sile je dinamičko (Baumann, Poldi, Shore) [4].



Slika 2.5: Metode za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala [12]



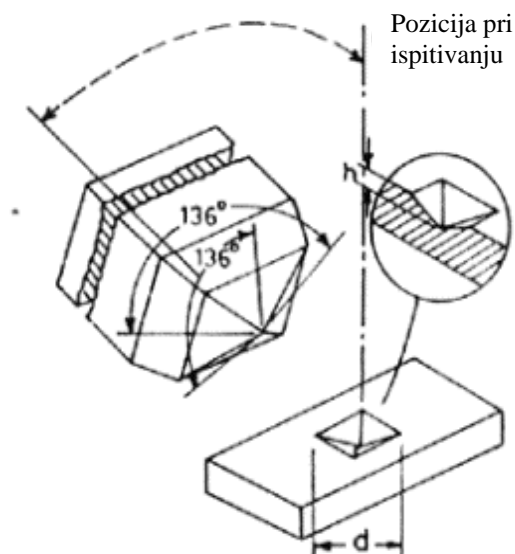
Slika 2.6: Metode za ispitivanje tvrdoće elastomera i ostalih polimera [12]

2.2 Mjerenje tvrdoće po Vickersu

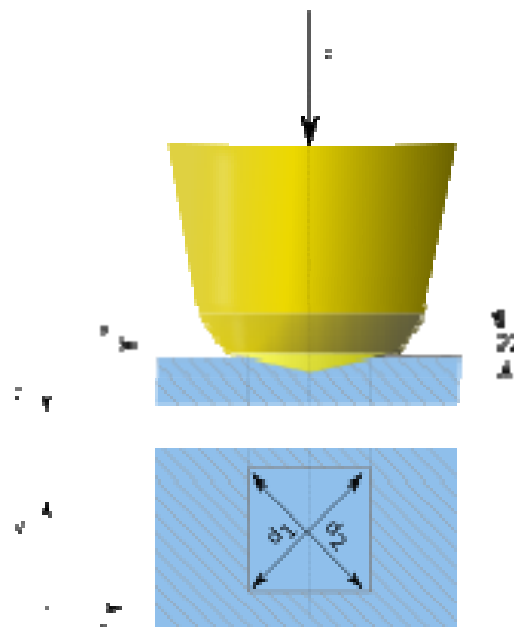
2.2.1 Princip

Prema povijesnom razvoju (tablica 2.3) metoda po Vickersu nastala je kasnije od ostalih metoda. Do ove metode se došlo pri uklanjanju pojedinih nedostataka koji su prisutni kod Brinellove metode. Dva osnovna nedostatka Brinellove metode su ograničenost područja mjerenja do 700 HBW, te ovisnost iznosa tvrdoće o primijenjenoj sili utiskivanja kuglice. Kod Vickersove metode ovi su nedostatci uklonjeni. Prvi nedostatak uklonjen je uporabom najtvrdjeg materijala za indentor - dijamant, a drugi oblikom indentora. To je kod Vickersove metode četverostrana piramida s vršnim kutem između nasuprotnih stranica od 136° (slika 2.7). Piramida na ispitnom uzorku ostavlja otisak oblika koji je prikazan na slici 2.8.

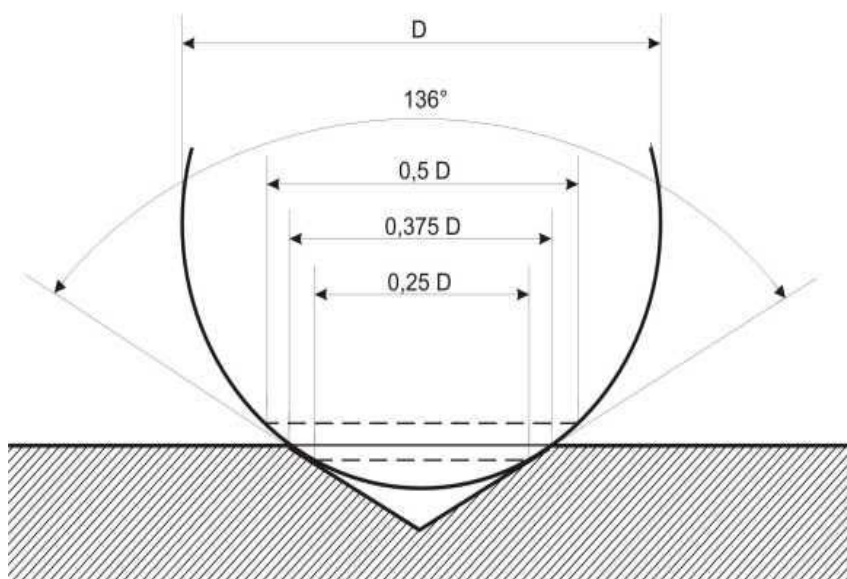
Kut od 136° nije odabran slučajno. Iz poznate metode po Brinell-u, izmjerena vrijednost promjera otiska smije biti unutar granica $0,25 - 0,5$ promjera indentora (kuglice). Srednja vrijednost tog raspona je $0,375$. Kut od 136° zatvaraju tangencijalne ravnine na Brinellovu kuglicu pri optimalnoj veličini otiska $d = 0,375 \cdot D$ (slika 2.9).



Slika 2.7: Dijamantna piramida kao indentor za Vickers metodu



Slika 2.8: Otisak pri mjerenju tvrdoće po metodi Vickers [14]



Slika 2.9: Grafički prikaz izbora kuta 136° [12]

Po definiciji, tvrdoća po Vickersu približna je onoj Brinellovoj, a izračunava se izrazom:

$$HV = \text{Konstanta} \times \frac{\text{Ispitna sila}}{\text{Površina otiska}} \quad (2.4)$$

Konstanta je dobivena iz slijedećeg izraza:

$$\text{Konstanta} = \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} \approx 0,102 \quad (2.5)$$

Tako matematički izraz za izračun vrijednosti Vickersove tvrdoće poprima slijedeći oblik:

$$HV = 0,102 \frac{2 F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (2.6)$$

gdje je F , N sila, a d , mm² srednja vrijednost dijagonale otiska (šuplje piramide) nakon rasterećenja.

Uobičajene vrijednosti sile kod Vickersove metode iznose od 49 do 980 N. No kod Vickersove metode koriste se i niža opterećenja (tablica 2.5). Ukoliko primijenjena sila utiskivanja iznosi od 1,96 do 49 N govori se o semimikrotvrdoći. Mjerenje semimikrotvrdoće provodi se prvenstveno pri ispitivanju tvrdoće tankih uzoraka te tankih slojeva. Za mjerenje tzv. mikrotvrdoće rabe se opterećenja niža od 1,96 N. Na taj način omogućeno je mjerenje tvrdoća pojedinih faza, npr. kristalnih zrna u mikrostrukтури materijala.

Tablica 2.5: Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu [15]

Konvencionalna tvrdoća ¹⁾		Semimikrotvrdoća		Mikrotvrdoća ²⁾	
Oznaka	Ispitna sila F , N	Oznaka	Ispitna sila F , N	Oznaka	Ispitna sila F , N
HV 5	49,03	HV 0,2	1,961	HV 0,01	0,09807
HV10	98,07	HV 0,3	2,942	HV 0,015	0,147
HV 20	196,1	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2452
HV 50	490,3	HV 2	19,61	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807
¹⁾ Ispitne sile >980,7 N smiju se primjenjivati					
²⁾ Ispitne sile za mikro tvrdoću su preporučljive					

Trajanje opterećivanja penetratora standardno iznosi od 10 -15 s, no za pojedine materijale može biti i duže.

Vickersova tvrdoća je bezdimenzionalna veličina, a uz iznos tvrdoće navodi se i sila opterećivanja, npr. 430 HV10, što znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 430 HV i da je dobivena utiskivanjem indentora silom od 10·9,81 N u trajanju od 10-15 s. Ukoliko je trajanje utiskivanja produljeno, navodi se također u oznaci (npr. 28 HV1/30 znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 28 HV, sila utiskivanja 1·9,81 N a trajanje utiskivanja 30 s. Minimalna debljina uzorka mnogo je manja nego kod Brinellove metode jer se primjenjuju niža opterećenja i u pravilu iznosi $(1,2 - 1,5) \cdot d$ (d je dijagonala otiska). Kod Vickersove metode je potrebna brižljiva priprema mjerne površine koja, pogotovo za mjerenje semimikro- i mikrotvrdoće, uključuje i poliranje uzorka. Također je zbog sitnog otiska za mjerenje dijagonale potreban mjerni mikroskop.

2.2.2 Oprema za mjerenje tvrdoće metodom Vickers

Osnovne komponente svakog tvrdomjera su mehanizam za ostvarivanje odgovarajuće sile opterećivanja i dio za mjerenje duljine otiska ili dubine prodiranja indentora u ispitni uzorak. Prema ovomu, u daljnjem tekstu kao osnovne komponente tvrdomjera smatrat će se sustav za opterećivanje i sustav za mjerenje koji su najčešće povezani u jedan sklop (tvrdomjer).

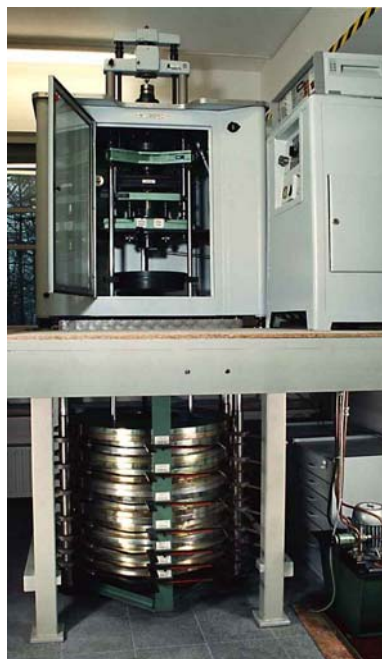
Glavni elementi sustava za opterećivanje su: postolje, mehanizam za opterećivanje i indentor. Sustavi za opterećivanje kod tvrdomjera po metodi Vickers prvenstveno se razlikuju po načinu ostvarivanja potrebnog opterećenja. Danas se najviše primjenjuju sustavi opterećivanja pomoću utega (bolje mjerne sposobnosti) ili pomoću deformacijskog tijela. Prema mehanizmu prijenosa opterećenja na indentor sustavi opterećivanja pomoću utega to ostvaruju na dva načina:

- ostvarivanje opterećenja direktnim djelovanjem utega ili
- ostvarivanje opterećenja utezima preko polužnog sustava.

Sustavi opterećivanja pomoću odgovarajućeg deformacijskog tijela omogućuju izrade tvrdomjera manjih dimenzija i lakše povezivanje sa sustavima za direktno očitavanje veličine otiska. S obzirom na funkciju sustava za opterećivanje s jedne strane ih se može smatrati mjerilima sile odnosno preciznije rečeno davateljima točno određene vrijednosti sile (princip stabilnih etalona sile). Stoga slično kao i kod etalonskih mjerila sile, najbolje mjerne sposobnosti daju sustavi s direktnim opterećenjem pomoću utega a to znači da su njihove najbolje postizive mjerne nesigurnosti $\leq 0,002 \%$.

Sustavi za očitavanje mjere veličinu otiska ili dubinu prodiranja indentora ovisno o vrsti metode. Danas se najčešće primjenjuju različiti mjerni mikroskopi za sustave očitavanja kod metoda koje mjere veličinu otiska, dok kod metoda gdje se mjeri dubina prodiranja u primjeni su laserski mjerači, mjerne trake ili deformacijska tijela. Sustavi za očitavanje veličine otiska za Vickers metodu su mjerni mikroskopi visoke rezolucije s mjernom nesigurnošću i od nekoliko nanometara ako se radi o mjerenjima mikrotvrdoće ili nanotvrdoće.

Za primarne etalone tvrdoće primjenjuju se sustavi opterećivanja koji opterećenje ostvaruju direktnim djelovanjem utega. Razlog tomu je što se tako može postići najmanja mjerna nesigurnost djelovanja sila opterećivanja. Na slici 2.10 je prikazan primarni etalon tvrdoće za Vickers, Brinell i Rockwell metodu u PTB-u, Njemačka.



Slika 2.10: Primarni etalon tvrdoće u PTB-u [12]

Kod referentnih etalona tvrdoće primenjuju se podjednako oba sustava opterećivanja. Na slici 2.11 su prikazani referentni etalon sile s direktnim opterećivanjem pomoću utega (a) i referentni etalon tvrdoće sa sustavom opterećivanja pomoću deformacijskog tijela (b).



a)



b)

Slika 2.11: Referentni etaloni tvrdoće

- a) sa sustavom opterećivanja direktno utezima (MPA NRW, Dortmund)
- b) sa sustavom opterećivanja pomoću deformacijskog tijela (Wolpert)

Tvrdomjeri u mjeriteljskim laboratorijima također koriste oba sustava opterećivanja (slika 2.12).



Slika 2.12: Tvrdomjeri u ispitnim mjeriteljskim laboratorijima
a) pomoću deformacijskog tijela (Emco)
b) pomoću utega (Zwick)

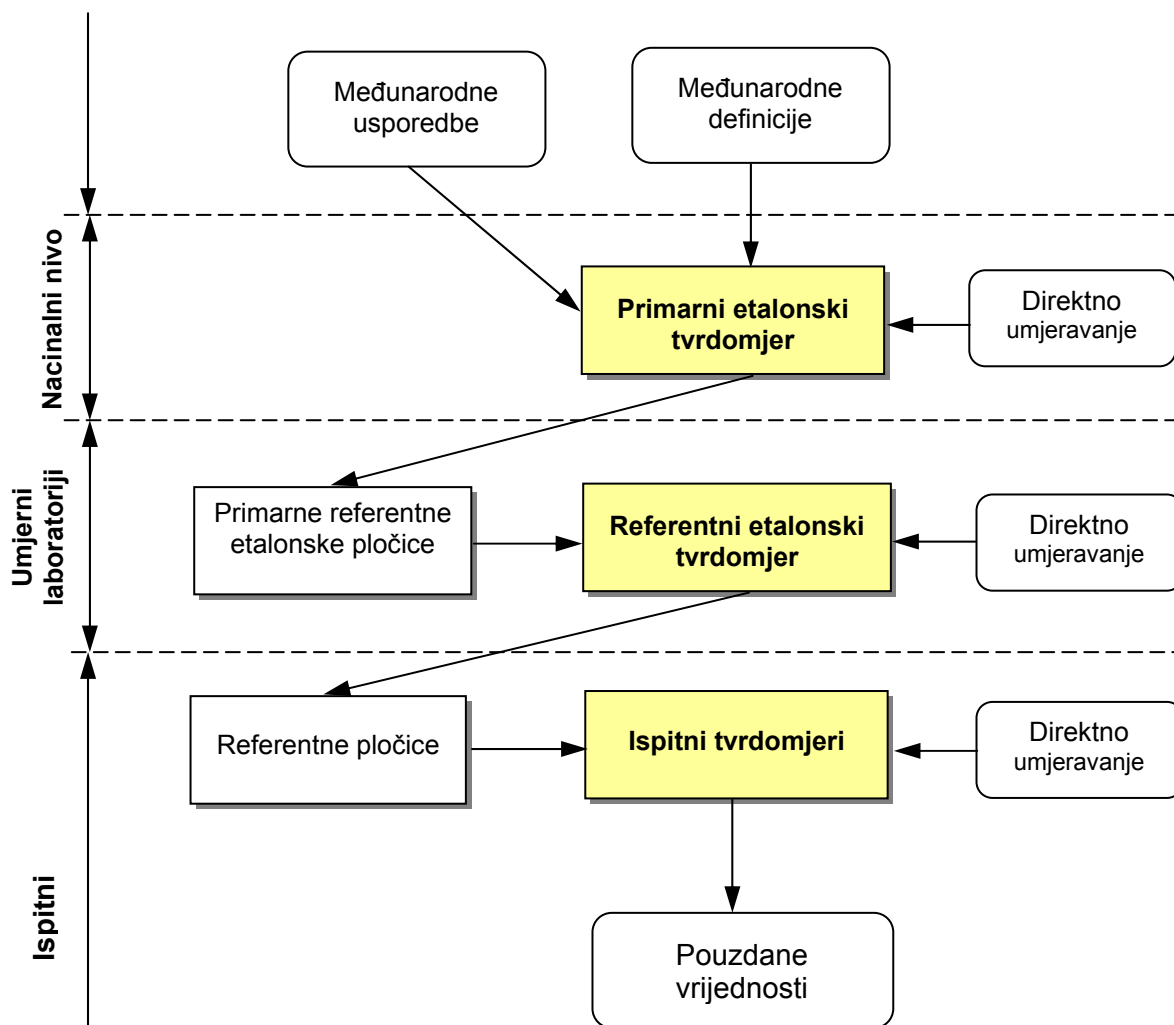
2.3 Sljedivost mjerenja tvrdoće

Kao i kod svih drugih mjernih veličina povjerenje u rezultat mjerenja tvrdoće može se postići jedino ostvarivanjem sljedivosti mjerenja sve do primarnog etalona. Stoga umjeravanja i ispitivanja opreme za mjerenje tvrdoće trebaju biti u skladu s nacionalnim mjeriteljskim normama.

Područje skale tvrdoće je zasnovano na tri osnovna elementa [16]:

- a) **Definicija skale tvrdoće:** Opis mjerne metode, odgovarajuće tolerancije veličina koje su uključene i ograničavajući uvjeti okoline.
- b) **Referentni uređaj za mjerenje tvrdoće:** Metrološki uređaji, koji materijaliziraju definiciju skale tvrdoće. Treba razlikovati primarne etalone tvrdoće, koji utvrđuju najbolju moguću realizaciju definicije skale tvrdoće i referentne etalone tvrdoće, koji se koriste pri proizvodnji referentnih pločica tvrdoće.
- c) **Referentna pločica tvrdoće:** Može se razlikovati između primarnih etalonskih pločica za tvrdoću - umjeravanih putem primarnih etalona i koje se koriste kada je zahtijevana najveća točnost, napr. za verifikaciju i umjeravanje referentnih etalona tvrdoće i referentnih pločica za tvrdoću - namijenjenih pretežno za verifikiranje i umjeravanje industrijskih ispitnih tvrdomjera.

Na slici 2.13 je prikazana četveroslojna struktura metrološkog niza, potrebnog za definiciju i utvrđivanje opsega skale tvrdoće.



Slika 2.13: Mjerna sljedivost za mjernu veličinu tvrdoća [16]

Treba uočiti, da se na svakom stupnju traži direktna i indirektna metoda umjeravanja. Direktna metoda umjeravanja daje moguće reference za masu, duljinu i trenutne nacionalne standarde, te ispituje sukladnost tolerancija koje zahtijeva definicija skale. Indirektna metoda umjeravanja zahtijeva se zato što cijeli niz čimbenika, koji još do sada nisu potpuno definirani (npr. ponašanje i veza pomak - vrijeme tijekom utiskivanja, nepravilnosti oblika i mehaničke karakteristike indentora), nije moguće procijeniti direktnom metodom umjeravanja. Usporedbe, kao što su međunarodne usporedbe za primarne etalonske uređaje, usporedbe sa standardnim etalonskim pločicama primarne tvrdoće za referentne etalonske uređaje i napokon usporedbe s referentnim pločicama za ispitne tvrdomjere, uzimaju se u obzir kao indirektna metoda umjeravanja. Direktna i indirektna metoda umjeravanja daju, kao što je to prije pokazano, različite doprinose mjernoj nesigurnosti tako da se mogu dobiti različiti izrazi za mjernu nesigurnost s različitim značenjima. Stoga nesigurnosti kod mjerene veličine tvrdoća mogu se podijeliti na [17]:

- a) Nesigurnost definicije skale, koju uzrokuju prihvaćene tolerancije i nedostatak definicije nekih utjecajnih čimbenika.

- b) Nesigurnost nominalne materijalizacije definicije skale, koju uzrokuje nesigurnost čimbenika definiranih kod definicije skale (uzima se u obzir kod direktnog umjeravanja).
- c) Nesigurnost učinkovite materijalizacije definicije skale, koju uzrokuju čimbenici, koji nisu definirani definicijom skale (uzima se u obzir kod indirektnog umjeravanja).

Treba primijetiti da je a) inherentan samoj definiciji, te ga uvijek treba kombinirati s doprinosima navedenim pod b) i c), koji se djelomično preklapaju, tako da se može uzeti maksimalna vrijednost dviju različitih procjena.

Prema slici 2.13 metrološki niz započinje na međunarodnoj razini i koristi međunarodne definicije različitih skala tvrdoće i služi za međunarodne usporedbe. No ne postoji međunarodni standard za ovaj prvi korak u materijalizaciji skala tvrdoće što je jedan od najvećih problema ostvarivanja sljedivosti. S druge strane zbog malog broja primarnih etalona tvrdoće jedini način očuvanja skale tvrdoće je kroz međunarodne usporedbe. Rad ovih etalona regulira se internim postupcima za primarne etalone i naravno, propisima za međunarodnu usporedbu [18 i 19]. Naravno, da direktno umjeravanje i provjeru ovih uređaja treba obavljati uz najveću moguću točnost. Određeni broj primarnih etalonskih tvrdomjera na nacionalnoj razini "proizvodi" primarne etalonske pločice tvrdoće za umjeravanje na razini laboratorija. To ne odgovara četveroslojnoj strukturi sa slike 2.13, no za to postoje i dobri razlozi. U metrologiji tvrdoće, u mnogo slučajeva se ne može primijeniti klasično pravilo "procjene od oka" – naime, da referentni etalon treba biti za red veličine bolji ili u najmanju ruku za faktor 3 bolji od uređaja kojeg kontrolira. Razlika u mjernoj nesigurnosti između nacionalne razine i korisničke je dovoljno malena, a svaki prijelaz s jedne razine na drugu doprinosi ukupnoj mjernoj nesigurnosti, zbog toga ova četveroslojna hijerarhija može dovesti do prevelikih mjernih nesigurnosti za pouzdane vrijednosti tvrdoće na korisničkoj razini. Većina metroloških problema pri usporedbi tvrdoće, kao što su prenošenje pogreške i mogućnost praćenja prema normama, proističe iz ove činjenice.

Na razini umjernih laboratorija koriste se referentni etaloni tvrdoće, koji se umjeravaju direktnom i indirektnom metodom pomoću primarnih etalonskih pločica tvrdoće. Ti uređaji se zatim koriste za umjeravanje referentnih etalonskih pločica tvrdoće koje se koriste na razini korisnika za umjeravanje industrijskih tvrdomjera nakon što su isti bili umjeravani direktnom metodom.

Glavni zahtjevi na etalonske pločice tvrdoće su stabilnost tijekom vremena i jednoobraznost ispitne površine pločice.

2.4 Postupak umjeravanja tvrdomjera

Stabilnost skale tvrdoće se u osnovi potvrđuje ovim postupkom za umjeravanje i to u dva koraka:

- a) Direktna metoda umjeravanja - osigurava da tvrdomjeri funkcioniraju pravilno, shodno definiciji tvrdoće i uzimajući u obzir odgovarajuće parametre.
- b) Indirektna metoda umjeravanja s etalonskim pločicama tvrdoće - obuhvaća provjeru karakteristika tvrdomjera kao cjeline.

2.4.1 Direktna metoda umjeravanja

Ovdje će biti prikazan postupak umjeravanja samo primarnih i referentnih etalonskih tvrdomjera, te koje zahtjeve oni moraju ispunjavati sukladno normi DIN EN ISO 6507-3 [20]. Razlog tomu je što su ti zahtjevi različiti u odnosu na ispitne tvrdomjere a ova doktorska radnja prvenstveno se odnosi na primarne i referentne etalone tvrdoće.

Provođenje umjeravanja, bez obzira da li se radi o etalonskom ili ispitnom tvrdomjeru, mora imati vezu s međunarodnim sustavom jedinica (SI). Direktna metoda se provodi u temperaturnom intervalu $23\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ a ako to nije, onda se to mora posebno naglasiti te provesti procjenu utjecaja temperature na sve parametre.

Direktna metoda umjeravanja se sastoji od:

- a) provjere sila opterećivanja,
- b) provjere dijamantnog indentora,
- c) provjere sustava za očitavanje veličine otiska,
- d) provjere ispitnog ciklusa.

2.4.1.1 Provjera sila opterećivanja

Provjera sila opterećivanja provodi se, kad je god to moguće, u tri različita položaja sustava za opterećivanje. Provjera mora biti provedena pomoću uređaja za provjeru sile koji mora ispunjavati kriterije klase 0,5 prema normi HRN EN ISO 376 [21]. Ako se koristi neki drugi postupak njegova mjerna nesigurnost mora biti najmanje jednaka onom ostvarenom s uređajem klase 0,5. Svaka izmjerena sila ne smije prokoračiti dozvoljene vrijednosti od nazivne sile:

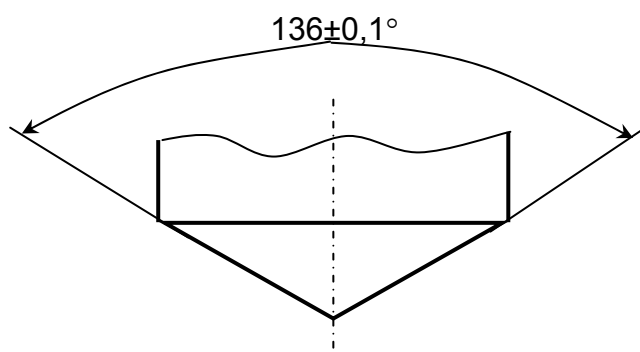
- a) za konvencionalnu i semimikro tvrdoću $\pm 0,1\%$,
- b) za mikrotvrdoću $\pm 0,5\%$.

Za svaku silu i za svaki položaj sustava za opterećivanje potrebno je provesti niz od barem tri mjerenja.

2.4.1.2 Provjera dijamantnog indentora

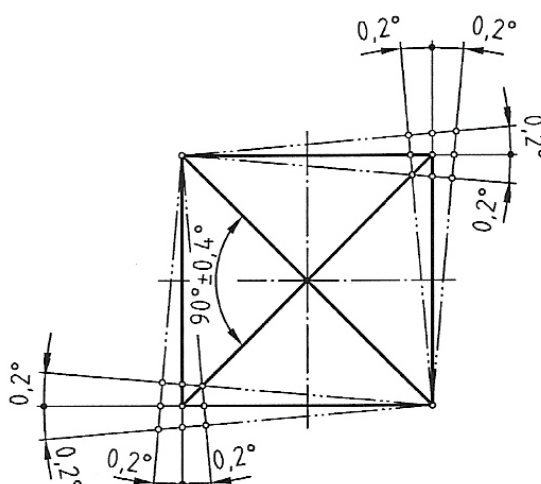
Provjera dijamantnog indentora provodi se kroz:

- a) Provjeru površina četverostrane piramide, koje moraju biti polirane i ne smiju na sebi imati nikakve pogreške ili oštećenja. Sve četiri površine stranica dijamantne piramide moraju biti tako polirane i slobodne od površinskih grešaka da odstupanje ravnoće ne smije prekoračiti vrijednost $0,0003\text{ mm}$.
- b) Provjeru kuteva:
 - kut između nasuprotno položenih površina mora biti $136\pm 0,1^\circ$ (slika 2.14)



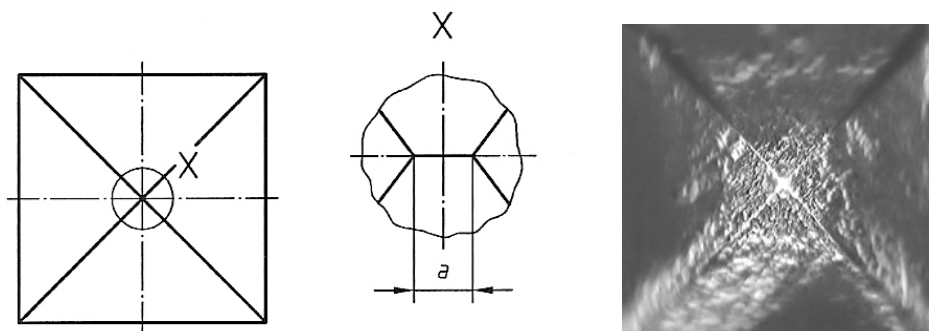
Slika 2.14: Dozvoljena odstupanja kuta nasuprotno ležećih stranica piramide

- kut između osi dijamantne piramide i osi držača indentora (okomito na referentnu površinu) mora biti unutar $0,3^\circ$.
- osnovne stranice piramide međusobno moraju zatvarati kut od 90° a odstupanje tog kuta ne smije biti veće od $\pm 0,2^\circ$ (slika 2.15).



Slika 2.15: Dozvoljena odstupanja površina piramide od kvadratnog oblika [20]

- c) Provjeru vrha - sve četiri stranice piramide na vrhu moraju završiti u jednoj točki. Zbog specifičnosti izrade dijamantnih piramida, ovaj zahtjev će biti zadovoljen ako se dvije nasuprotno ležeće stranice sijeku te tako nastaje brid (slika 2.16). Dužina brida ne smije prijeći određene dimezije koje su navedene u tablici 2.6. Vrh dijamantne piramide mora se provjeriti pomoću interferencijskog ili visokorazlučivog mjernog mikroskopa.



Slika 2.16: Vrh dijamantne piramide

Tablica 2.6: Dozvoljene dužine brida na vrhu dijamantne piramide [20]

Sila opterećivanja, N	Maksimalno dozvoljena dužina brida, mm
$F \geq 49,03$	0,001
$1,961 \leq F < 49,03$	0,000 5
$0,098 \leq F < 1,961$	0,000 25

2.4.1.3 Provjera sustava za očitavanje veličine otiska

Provjera ovog sustava provodi se s obzirom na mogućnosti očitavanja na mjernoj skali i određuje se prema veličini mjerenja najmanjeg otiska. Skala mjernog uređaja mora biti tako podijeljena da omogućuje mjerenja dijagonala prema zahtjevima koji su navedeni u tablici 2.7.

Tablica 2.7: Rezolucija sustava za očitavanje i dozvoljena odstupanja [20]

Duljina dijagonale d , mm	Rezolucija mjernog uređaja	Maksimalno dozvoljeno odstupanje
$d \leq 0,040$	0,000 1 mm	0,000 2 mm
$0,040 < d \leq 0,200$	0,25 % od d	0,5 % od d
$d > 0,200$	0,000 5 mm	0,000 1 mm

Mjerni uređaj mora biti provjeren u najmanje pet točaka ravnomjerno raspodijeljenih po cijelom mjernom području. Ova provjera se najčešće provodi pomoću objektmikrometra.

2.4.1.4 Provjera ispitnog ciklusa

Sustav za opterećivanje mora osigurati da vrijeme od početka djelovanja sile opterećivanja pa do postignuća odgovarajuće vrijednosti bude u granicama danim u tablici 2.8. Isto tako vrijedi i za brzinu približavanja indentora ispitnoj površini.

Tablica 2.8: Zahtjevi na ispitni ciklus [20]

Područje sile F , N	Vrijeme opterećivanja, s	Brzina približavanja indentora ispitnoj površini, mm/s
$F \geq 49,03$	≤ 10	0,05 do 0,2
$1,961 \leq F < 49,03$	≤ 10	0,05 do 0,2
$0,098 \leq F < 1,961$	6 do 8	0,05 do 1

Trajanje opterećivanja iznosi 13 do 15 s a provjera ispitnog ciklusa provodi se s tolerancijom od ± 1 s.

2.4.2 Indirektna metoda umjeravanja

Indirektna metoda umjeravanja se provodi pomoću etalonskih pločica tvrdoće u temperaturnom intervalu 23 ± 5 °C sukladno normi DIN EN ISO 6507-2 [22]. Etalonske pločice moraju biti umjerene sukladno normi HRN EN ISO 6507-3. Ukoliko temperatura nije unutar granica kako je navedeno, onda je to potrebno posebno naglasiti i procijeniti utjecaj temperature na ostale parametre. Etalonski tvrdomjer mora biti umjeren ovom metodom za sve sile opterećivanja koje se primjenjuju ili ako se ne upotrebljavaju sve onda najmanje dvije. Za svaku silu opterećivanja moraju biti upotrijebljene najmanje dvije različite etalonske pločice iz slijedećih različitih područja:

- ≤ 225 HV
- 400 HV do 600 HV
- > 700 HV

Na svakoj etalonskoj pločici potrebno je provesti niz od pet mjerenja koja se provode u skladu s normom HRN EN ISO 6507-1. Za svako mjerenje dobije se srednja vrijednost izmjerenih dviju dijagonala otiska a na kraju se dobije niz mjernih rezultata d_1 ; d_2 ; d_3 ; d_4 ; d_5 poredan po rastućem iznosu. Na temelju toga se računa srednja vrijednost prema izrazu:

$$\bar{d} = \frac{d_1 + d_2 + \dots + d_5}{5} \quad (2.7)$$

Ponovljivost tvrdomjera r računa se prema izrazu:

$$r = d_5 - d_1 \quad (2.8)$$

Vrijednost tvrdoće za svako mjerenje dobije se uvrštavanjem izmjerene vrijednosti dijagonale otiska u izraz 2.6.

Odstupanje pokazivanja tvrdomjera E računa se prema izrazu:

$$E = \bar{H} - H_c \quad (2.9)$$

gdje je

$$\bar{H} = \frac{H_1 + H_2 + \dots + H_5}{5} \quad (2.10)$$

a vrijednosti H_1, H_2, \dots, H_5 su vrijednosti tvrdoće koje odgovaraju srednjim vrijednostima dijagonala d_1, d_2, \dots, d_5 . H_c je vrijednost tvrdoće referentne pločice.

Proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih tvrdomjera opisan je u poglavlju 4.

2.5 Postupak umjeravanja etalonskih pločica

Etalonske pločice tvrdoće moraju svojom izradom ispunjavati određene zahtjeve na ravnoću, planparlelnost i hrapavost sukladno normi HRN EN ISO 6507-3 [20]. Umjeravanje etalonskih pločica provodi se na primarnom ili referentnom etalonskom tvrdomjeru ovisno u koje svrhe će pločica biti upotrijebljena. Na pločici treba biti provedeno pet mjerenja a srednja vrijednost izmjerenih rezultata se računa prema izrazu 2.7. Vrijednost tvrdoće za svako mjerenje dobije se uvrštavanjem izmjerene vrijednosti dijagonale otiska u izraz 2.6.

Širina rasipanja rezultata mjerenja U_{rel} računa se prema izrazu:

$$U_{rel} = \frac{100 \times (d_5 - d_1)}{\bar{d}} [\%] \quad (2.11)$$

Maksimalna dozvoljena širina rasipanja definirana je normom DIN EN ISO 6507-3 a prikazana su u tablici 2.9.

Tablica 2.9: Maksimalno dozvoljeno rasipanje vrijednosti umjeravanja etalonske pločice [20]

Tvrdoća referentne pločice	Maksimalna dozvoljena širina rasipanja %		
	< HV 0,2	HV 0,2 ≤ HV 5	HV 05 do HV 100
≤ 225 HV ^a	4,0 ili 0,001 mm ^b	3,0	2,0
> 225 HV		2,0	1,0

^a za tvrdoće <150 HV maksimalno dozvoljena ponovljivost je 8% ili 0,001 mm (dozvoljena je veća vrijednost)

^b dozvoljena je veća vrijednost

Proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica opisan je u poglavlju 4.

3. MJERNA NESIGURNOST I SLJEDIVOST MJERENJA

3.1 Opće značenje mjerne nesigurnosti

Svrha svakog mjerenja je određivanje vrijednosti mjerene veličine, tj. vrijednosti posebne veličine koju treba mjeriti. Mjerenje počinje s odgovarajućom specifikacijom:

- mjerne veličine,
- mjerne metode i
- mjernog postupka.

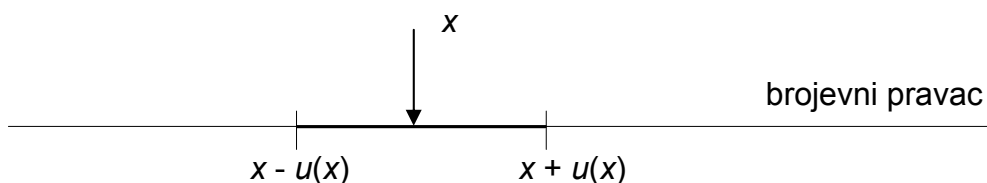
Općenito, mjerni je rezultat samo približenje ili procjena vrijednosti mjerene veličine, te je potpun samo onda kad ga prati iskaz o nesigurnosti te procjene [2]. Nesigurnost mjerenog rezultata odražava pomanjkanje točnog znanja vrijednosti mjerene veličine. Mjerni rezultat je i nakon ispravaka utvrđenih sustavnih djelovanja, zbog nesigurnosti koja potječe od slučajnih djelovanja i zbog nesavršenosti ispravaka rezultata u sustavnih djelovanja, još uvijek samo procjena vrijednosti mjerene veličine. Mjerni rezultat može nakon ispravaka biti neodredivo blizu “istinite” vrijednosti, ali može biti i daleko, pa prema tome se ne smije nesigurnost mjernog rezultata proglasiti preostalom nepoznatom pogreškom. Pod “istinicom” vrijednošću se smatra vrijednost sukladna definiciji određene posebne veličine koja bi se dobila savršenim mjerenjem, a po prirodi je neodrediva [2].

Prema ovomu mjernu nesigurnost bi se mogla definirati kao parametar pridružen rezultatu nekog mjerenja koji opisuje rasipanje vrijednosti koje bi se razumno mogle pripisati mjerenoj veličini [2].

Izraz mjerna nesigurnost usko je povezan s točnošću mjerenja. Dok je nesigurnost kvantitativni parametar mjerenja, točnost mjerenja koristi se u kvalitativnom smislu i općenito opisuje bliskost slaganja mjernog rezultata s pravom vrijednošću mjerene veličine. Od dva mjerenja iste veličine točnije je ono kojemu je pridružena manja mjerna nesigurnost. Isto tako potrebno je razlikovati izraz pogreška od izraza nesigurnost. Po definiciji pogreška mjerenja je mjerni rezultat umanjen za pravu vrijednost mjerene veličine. Iz ovog je vidljivo da se mjernu nesigurnost može opisati kao mjerom moguće pogreške rezultata [2].

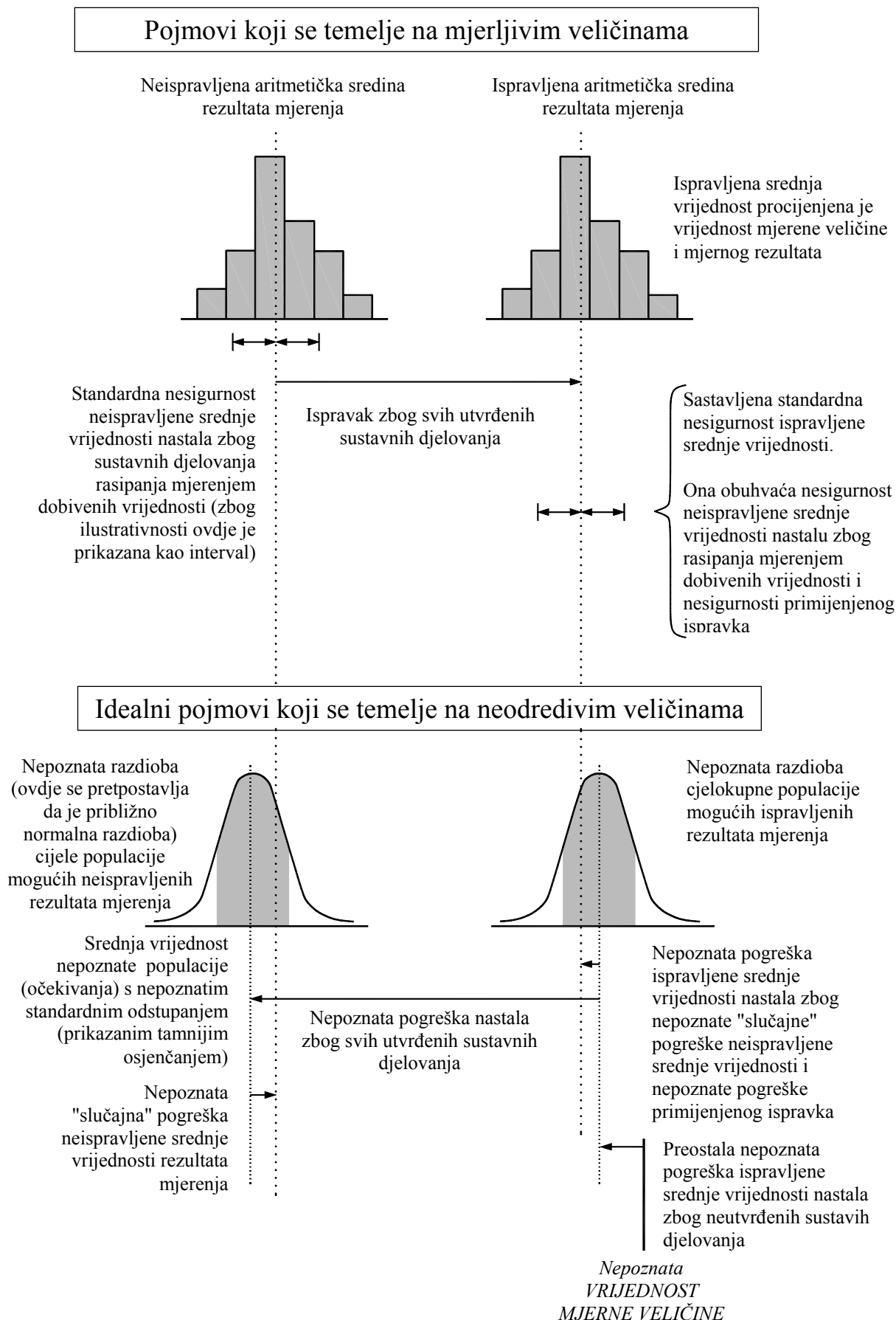
Jedan od primarnih problema u mjeriteljstvu jest kako procijeniti mjernu nesigurnost rezultata mjerenja. Tradicionalne metode procijene mjerne nesigurnosti temeljile su se na iskustvu i ugledu osobe koja je provodila mjerenje. Posljednjih su godina širom svijeta uloženi ogromni naponi s ciljem iznalaženja matematičkih modela i općih pravila za proračun i iskazivanje mjernih nesigurnosti. Tako je 1993. godine skupina stručnjaka iz međunarodnih organizacija s područja mjeriteljstva (ISO, IEC, BIPM, OIML, IUPAP, IUPAC, IFCC), u skladu sa zahtjevima od strane CIPM-a, izradila Upute za iskazivanje mjerne nesigurnosti ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement [2]. Prihvaćanjem međunarodnog dogovora za iskazivanje mjerne nesigurnosti omogućeno je nedvosmisleno iskazivanje i usporedba mjernih rezultata dobivenih u različitim institutima, mjeriteljskim i ispitnim laboratorijima. U skladu s GUM-om, godine 1999. europska organizacija European co-operation for Accreditation (EA) izdaje dokument EA-4/02: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration [23]. Dok je GUM utemeljio opća pravila za proračun i iskazivanje mjerne nesigurnosti sa svrhom da budu primjenjiva na širokom spektru mjerenja, EA dokument koncentrirao se na metode koje se koriste u umjernim laboratorijima, te nedvosmisleno opisao i uskladio način proračuna i iskazivanja nesigurnosti rezultata mjerenja prema GUM-u.

Nesigurnost se iskazuje statistički određenim područjem ili intervalom u kojem se s navedenom vjerojatnošću (razinom povjerenja) očekuje da leži vrijednost mjerene veličine. U statistici se takav odsječak naziva intervalom povjerenja (također se naziva i područjem mjerne nesigurnosti). Te se granice intervala povjerenja oko procjene x (mjerene veličine X) izražavaju kao $x \pm u(x)$; veličina $u(x)$ ovisi o slučajnoj promjenljivosti mjerenja, nepoznatim sustavnim djelovanjima i razini povjerenja. Kako bi izgledao interval povjerenja na brojevnom pravcu prikazano je na slici 3.1.



Slika 3.1 – Prikaz intervala nesigurnosti procjene mjerene veličine

Procjena mjerne nesigurnosti temelji se na procjenama iz nepoznatih razdioba vjerojatnosti koje su određene pomoću ponovljenih, odnosno obnovljenih mjerenja ili iz subjektivnih ili apriornih razdioba koje se temelje na sveukupnim raspoloživim podacima, uključujući ispravke zbog utvrđenih sustavnih djelovanja zajedno s njihovim standardnim nesigurnostima. Grafički to izgleda kao što je prikazano na slici 3.2.



Slika 3.2 – Grafički prikaz vrijednosti, pogreške i nesigurnosti [2]

3.1.1 Izvori mjerne nesigurnosti

Pojave koje doprinose mjernoj nesigurnosti i prema tomu činjenici da se mjerni rezultat ne može opisati jednom vrijednošću nazivaju se izvorima nesigurnosti. U praksi postoje mnogi mogući izvori mjerne nesigurnosti. Najčešći od tih izvora su [24]:

- nepotpuno određenje mjerene veličine,
- nesavršeno ostvarenje određenja mjerene veličine,
- nesavršenost uzorkovanja (mjereni uzorak može ne prikazivati definiranu mjerenu vrijednost),
- neodgovarajuće poznavanje djelovanja okolnih uvjeta na mjerni postupak ili nesavršeno mjerenje okolnih uvjeta,
- osobna pristranost motritelja (očitanje analognog mjerila),
- razlučivanje mjerila ili prag pokretljivosti,
- vrijednosti pridružene mjernom etalonu,
- vrijednosti stalnica i drugih parametara dobivene iz vanjskih izvora koje se upotrebljavaju u algoritmima za obradbu podataka,
- približenja i pretpostavke ugrađene u mjernu metodu i mjerni postupak te
- promjene opetovanih opažanja mjerene veličine pod očigledno istovjetnim uvjetima.

3.2 Proračun i procjena mjerne nesigurnosti

3.2.1 Opći prikaz [2]

Proračun i procjena mjerne nesigurnosti rezultata mjerenja u ovom radu temelji se na ISO: "Guide to the expression of uncertainty in measurement". Ove upute daju samo smjernice pri proračunu i procjeni mjerne nesigurnosti te se na njih još nadopunjavaju kritička mišljenja, intelektualno poštenje i profesionalna uvježbanost. Prema tome kvaliteta i upotrebljivost iskazane mjerne nesigurnosti mjernog rezultata konačno ovisi o razumijevanju, kritičkoj analizi i poštenju onih koji doprinose određenju njezine vrijednosti.

Najbolja metoda za proračun i izražavanje mjerne nesigurnosti mjernog rezultata trebala bi biti sveobuhvatna, odnosno trebala bi biti primjenljiva na sve vrste mjerenja i sve vrste ulaznih podataka koji se upotrebljavaju pri mjerenju. Stvarna veličina koja se upotrebljava za izražavanje nesigurnosti mora biti:

- **unutarnje povezana**: izravno izvediva iz sastavnica koje joj doprinose i neovisna o tome kako su te sastavnice svrstane u skupine,
- **prenosiva**: mogućnost izravne uporabe mjerne nesigurnosti proračunate za jedan rezultat kao sastavnice u proračunu mjerne nesigurnosti drugog mjerenja u kojem se upotrebljava taj prvi rezultat.

Prema ovim uputama mjerna nesigurnost općenito se sastoji od više sastavnica. Sastavnice se prema načinu na koji se određuju njihove brojčane vrijednosti trebaju razvrstavati u dva razreda:

- **sastavnice A-vrste** – izračunavaju se statističkim metodama i

- **sastavnice B-vrste** - izračunavaju se na neki drugi način.

Svaki iscrpan izvještaj o nesigurnosti treba sadržavati potpun popis tih sastavnica navodeći za svaku sastavnicu metodu upotrijebljenu za njezino određivanje.

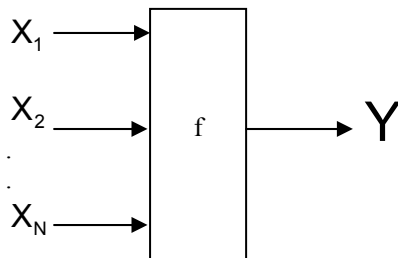
Prema uputama mjerna nesigurnost se može iskazati kao:

- standardna nesigurnost;
- sastavljena standardna nesigurnost;
- proširena nesigurnost.

Standardna nesigurnost je nesigurnost mjernog rezultata izražena standardnim odstupanjem (devijacijom). Sastavljena standardna nesigurnost je standardna nesigurnost mjernog rezultata kad se taj rezultat dobije iz vrijednosti nekoliko drugih veličina. Proširena nesigurnost je veličina kojom se određuje raspon mjernog rezultata za koji se očekuje da obuhvaća značajnu širinu razdiobe vrijednosti koje se smiju pripisati mjernoj veličini.

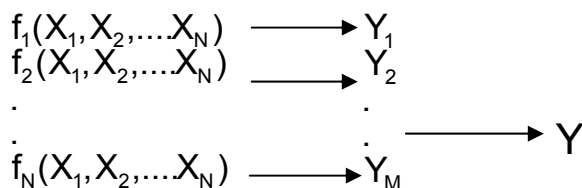
Mjerna nesigurnost uobičajeno se procjenjuje iz matematičkog modela mjerenja i zakona rasprostiranja nesigurnosti. Stupanj razvijenosti matematičkog modela ovisi o potrebnoj točnosti mjerenja. U većini slučajeva mjerena veličina Y ne mjeri se izravno, nego se određuje iz ulaznih veličina X_i ($i=1,2,3,\dots,N$) na temelju funkcijskog odnosa (izraz 3.1) koji predstavlja osnovni matematički model za potpuno određenje mjerene veličine (slika 3.3).

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (3.1)$$



Slika 3.3: Skalarni odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine

Ulazne veličine X_1, X_2, \dots, X_N o kojima ovisi izlazna veličina Y mogu se same promatrati kao mjerene veličine i mogu same ovisiti o drugim veličinama, uključujući ispravke i faktore ispravka zbog sustavnih djelovanja dovodeći tako do složenog funkcijskog odnosa koji se ne mora uvijek moći eksplicitno napisati (slika 3.4).



Slika 3.4: Vektorski odnos između ulaznih veličina i mjerene veličine

Procjena mjerene veličine Y , koja se označuje s y , dobije se iz jednadžbe (3.1) uporabom procjena ulaznih veličina x_i za vrijednosti ulaznih veličina X_i . Prema tome, procjena izlazne veličine y tog mjernog rezultata daje se izrazom:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \quad (3.2)$$

U nekim slučajevima ta procjena se uzima kao aritmetička sredina ili prosjek n neovisnih određivanja Y_j veličine Y .

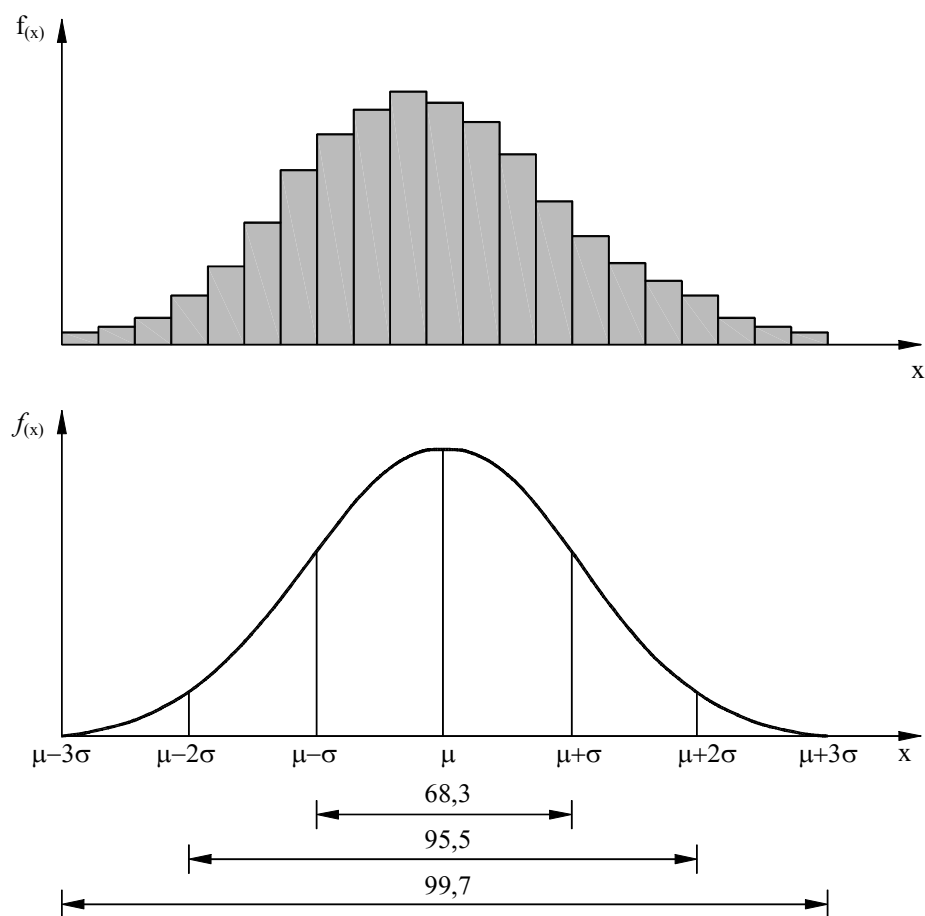
$$y = \bar{Y} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \bar{Y}_j = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n f(X_{1,j}, X_{2,j}, \dots, X_{n,j}) \quad (3.3)$$

Procijenjeno standardno odstupanje pridruženo procjeni izlazne veličine ili mjernog rezultata y određuje se iz procijenjenog standardnog odstupanja pridruženog procjeni ulazne veličine x_i . Svaka procjena ulazne veličine x_i i njezina pridružena standardna nesigurnost $u(x_i)$ dobivaju se iz razdiobe mogućih vrijednosti ulazne veličine. Ta razdioba vjerojatnosti može se temeljiti na frekvenciji, tj. na nizu mjerenja veličine X_i ili to može biti kakva apriorna razdioba. Varijanca razdiobe ili pozitivni drugi korijen varijance su mjera rasipanja vrijednosti slučajne varijable.

3.2.1.1 Statistički temelj za proračun mjerne nesigurnosti

Dobro je poznato da se pri ponavljanju mjerenja jedne te iste mjerene veličine, koja se provode istim mjernim uređajem i s istom pozornošću, nikada ne dobiju isti rezultati. Čak i ako se posebnim ispitivanjem i provjerom mjerne metode isključi mogućnost postojanja sustavnih djelovanja, na mjerenja će ipak utjecati mnogobrojni čimbenici koje nije moguće nadzirati i koji se mijenjaju od jednog do drugog mjerenja. Iako rezultat svakog pojedinačnog mjerenja zbog ovih čimbenika nije moguće unaprijed predskazati, ti rezultati se podvrgavaju nekoj zakonomjernosti. Ta zakonomjernost se opisuje poznatom normalnom krivuljom razdiobe (slika 3.5), a njezin oblik ovisi o vrijednostima parametra srednje vrijednosti μ i standardnog odstupanja σ . Ovo je praktično potvrđeno ogromnim mjeriteljskim iskustvom, a teoretsko opravdanje za ovo dano je uporabom srednjeg graničnog teorema [2].

Pri provođenju opetovanih mjerenja iste mjerene veličine u uvjetima ponovljivosti i uz isključena sustavna djelovanja mjerni će se rezultati gomilati oko središnje vrijednosti μ , kojoj odgovara nepoznata istinita vrijednost mjerene veličine. Kako je još prije bilo navedeno da istinita vrijednost predstavlja vrijednost koja bi se dobila savršenim mjerenjem, onda se ona za normalnu razdiobu poistovjećuje s vrijednošću parametra μ razdiobe, koji se prema zakonu velikih brojeva najbolje aproksimira srednjom vrijednošću mjernih rezultata. Točnu vrijednost mjerene veličine kao slučajne veličine općenito nije moguće odrediti, nego se određuje interval u kojemu se s velikom vjerojatnošću očekuje da će se gomilati mjerni rezultati. Zato se kod proračuna mjerne nesigurnosti koristi dobro razrađena teorija statističkih intervalnih procjena.



Slika 3.5: Normalna razdioba mjerenih vrijednosti [25]

3.2.2 Proračun standardne nesigurnosti procjene ulazne veličine

3.2.2.1 Proračun standardne nesigurnosti A-vrste [2]

Primjenom središnjeg graničnog teorema dokazano je da razdioba vjerojatnosti aritmetičke sredine \bar{q} dobivene iz n opažanja q_j slučajne varijable q s očekivanjem μ_q i konačnim standardnim odstupanjem σ kad $n \rightarrow \infty$ približuje normalnoj razdiobi sa srednjom vrijednošću μ_q i standardnim odstupanjem $\sigma/n^{1/2}$, bez obzira kakva bila razdioba vjerojatnosti veličine q . No, kako parametri μ_q i σ nisu poznati oni se mogu procijeniti samo iz podataka dobivenih eksperimentom, odnosno iz srednje vrijednosti i eksperimentalnog standardnog odstupanja.

Prema tome, u većini slučajeva, najbolja raspoloživa procjena očekivanja ili očekivane vrijednosti μ_q veličine q , koja se mijenja na slučajan način i za koju je u istim mjernim uvjetima dobiveno n neovisnih mjerenja q_j , je aritmetička sredina ili srednja vrijednost \bar{q} tih n mjerenja. Izraz za računanje srednje vrijednosti je slijedeći:

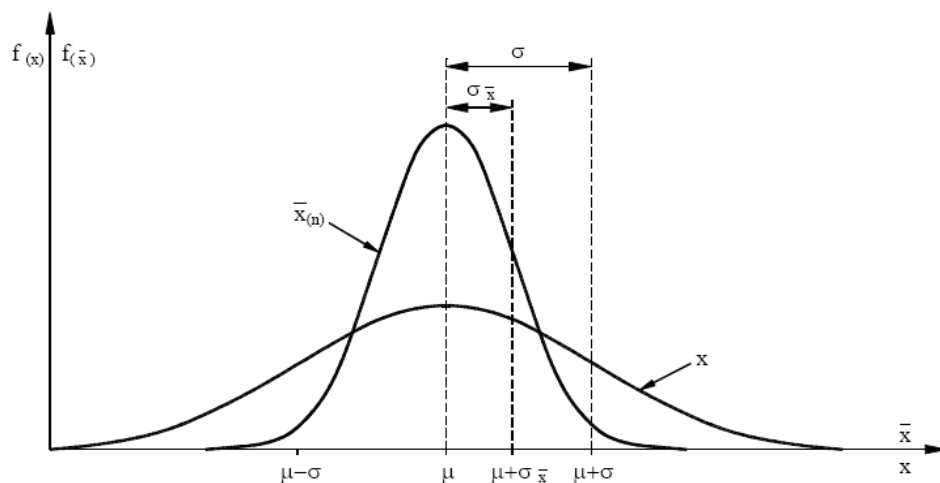
$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n q_j \quad (3.4)$$

Ukoliko su mjerenja izvedena u više mjernih nizova sa po $n_1=n_2=\dots=n_i=\dots=n_p$ ponovljenih mjerenja, aritmetička sredina svih mjerenja jednaka je:

$$\bar{q} = \frac{1}{p} \sum_{l=1}^p \bar{q}_l \quad (3.5)$$

gdje je p - broj mjernih nizova.

Koje su razlike između razdiobe pojedinačnih očitavanja i razdiobe aritmetičkih sredina od n očitavanja najbolje su vidljive na slici 3.6.



Slika 3.6: Razdiobe pojedinačnih očitavanja i aritmetičkih sredina [26]

Mjerna nesigurnost pridružena procjeni \bar{q} određuje se prema jednoj od ovih metoda:

- Pojedinačna mjerenja razlikuju se po vrijednostima zbog slučajnih promjena utjecajnih veličina ili slučajnih djelovanja. Eksperimentalna varijanca tih mjerenja koja daje procjenu varijance razdiobe vjerojatnosti veličine q , dana je izrazom:

$$s^2(q) = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2 \quad (3.6)$$

Ta procjena varijance i njezin pozitivni drugi korijen $s(q)$, koji se naziva eksperimentalnim standardnim odstupanjem opisuju promjenljivost mjernih vrijednosti q_j , ili točnije njihovo rasipanje oko njihove srednje vrijednosti \bar{q} .

Najbolja procjena varijance srednje vrijednosti dana je izrazom:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q)}{n} \quad (3.7)$$

Eksperimentalna varijanca srednje vrijednosti $s^2(\bar{q})$ i eksperimentalno standardno odstupanje srednje vrijednosti $s(\bar{q})$ količinski određuju mjeru koliko dobro \bar{q} procjenjuje očekivanje μ_q veličine q , a oboje se može koristiti kao mjera nesigurnosti srednje vrijednosti \bar{q} . Standardna nesigurnost $u(\bar{q})$ pridružena procjeni \bar{q} ulazne veličine je eksperimentalno standardno odstupanje srednje vrijednosti

$$u(\bar{q}) = s(\bar{q}) \quad (3.8)$$

i može se nazvati standardnom nesigurnošću A-vrste.

- b) Za mjerenja koja su dobro opisana tj. izvedena u p mjernih nizova s po n ponovljenih mjerenja u mjernom nizu, koristi se zbirna procjena varijance s_p^2 , a koja se dobiva iz izraza:

$$s_p^2 = \frac{\sum_{l=1}^p v_l s_l^2}{\sum_{l=1}^p v_l} \quad (3.9)$$

gdje je s_l^2 eksperimentalna varijanca l -tog mjernog niza od n_l neovisnih ponovljenih mjerenja s brojem stupnjeva slobode jednakim $v_l = n_l - 1$. Zbirna procjena varijance s_p^2 nije ništa drugo do varijanca ponovljivosti.

Ako je u ovom slučaju ulazna veličina procijenjena aritmetičkom sredinom malog broja n neovisnih opažanja najbolja procjena ove varijance dana je slijedećim izrazom:

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s_p^2}{n} \quad (3.10)$$

Standardna nesigurnost računa se dalje prema izrazu (3.8).

Često se procjena x_i ulazne veličine X_i dobiva iz krivulje koja je dobivena prilagođenjem eksperimentalnim podacima metodom najmanjih kvadrata. Procijenjene varijance i rezultirajuće standardne nesigurnosti prilagođenih parametara koji opisuju tu krivulju te svih pretkazanih točaka obično se mogu izračunati s pomoću dobro poznatih statističkih postupaka.

Broj opažanja n trebao bi biti dostatno velik da bi se osiguralo da \bar{q} daje pouzdanu procjenu očekivanja μ_q slučajne varijable q i da $s^2(\bar{q})$ daje pouzdanu procjenu varijance $s^2(\bar{q}) = s^2/n$. Ako se procjena ulazne veličine temelji na malom broju podataka ili ponovljenih mjerenja (< 30), standardna nesigurnost dobiva se iz Studentove razdiobe uz faktor Studentove razdiobe $t_{95}(n)$, koji ovisi o broju tih podataka i traženoj vjerojatnosti (obično 95 %). Svođenje procijenjenog standardnog odstupanja na razinu standardne nesigurnosti izvodi se dijeljenjem s t -faktorom Studentove razdiobe. Varijabla t ovisi o broju stupnjeva slobode.

U slučaju kad $\nu \rightarrow \infty$ (većem broju stupnjeva slobode) t – razdioba se približava normalnoj razdiobi, a

$$t_p(\nu) \approx \sqrt{\left(1 + \frac{2}{\nu}\right)} \cdot k \quad (3.11)$$

gdje je k faktor pokrivanja za normalnu raspodjelu uz vjerojatnost P .

3.2.2.2 Proračun standardne nesigurnosti B-vrste [2]

Za procjenu ulazne veličine, koja nije dobivena iz ponovljenih ili obnovljenih mjerenja, pridružena procjena varijance ili standardna nesigurnost proračunava se znanstvenom prosudbom koja se temelji na svim raspoloživim podacima o mogućoj promjenljivosti ulazne veličine. Takav skup podataka može uključivati:

- prijašnje mjerne podatke,
- iskustvo s instrumentima ili opće poznavanje njihovog ponašanja i svojstava,
- proizvođačke specifikacije,
- podatke dane u potvrđama o umjeravanju i drugim potvrđama,
- nesigurnosti dodijeljene referentnim podacima uzetim iz priručnika.

Radi pogodnosti, ovaj način proračunate nesigurnosti $u^2(x_i)$ i $u(x_i)$ katkad se nazivaju redom variancom B-vrste i standardnom nesigurnošću B-vrste. Procjena sastavnica mjerne nesigurnosti B-vrste temelji se na apriornim razdiobama.

Ovdje postoje različiti slučajevi s obzirom na ulaznu veličinu. Ako je poznata samo jedna vrijednost ulazne veličine, tada se ona i upotrebljava za procjenu ulazne veličine. U ovom slučaju mjerna se nesigurnost treba odrediti na temelju iskustva ako ona nije nigdje navedena. Ako se za veličinu X_i može pretpostaviti razdioba vjerojatnosti, tada kao procjenu x_i ulazne veličine i pridruženu standardnu nesigurnost $u(x_i)$ treba uzeti redom odgovarajuće očekivanje ili očekivanu vrijednost i drugi korijen varijance te razdiobe. Ako se procjena ulazne veličine temelji na procjeni granica intervala pojavljivanja (od $-a$ do $+a$), uz jednaku vjerojatnost pojavljivanja unutar cijelog procijenjenog intervala i vjerojatnost da ulazna veličina leži izvan tog intervala koja je jednaka nuli, tada se standardna nesigurnost dobiva iz apriorne pravokutne razdiobe mogućih vjerojatnosti. Izrazi za procjenu ulazne veličine i kvadrat standardne nesigurnosti su slijedeći:

$$x_i = \frac{1}{2}(a_+ + a_-) \quad (3.12)$$

$$u^2(x) = \frac{1}{12}(a_+ + a_-)^2 \quad (3.13)$$

Ako se s $2a$ označi razlika između graničnih vrijednosti jednadžba (2.13) poprima slijedeći oblik:

$$u^2(x_i) = \frac{1}{3}a^2 \quad (3.14)$$

Bolji model od apriorne pravokutne razdiobe je apriorna simetrična trokutna razdioba u slučaju kada je poznato da su vrijednosti ulazne veličine bliže raspoređene oko središta intervala promjenljivosti nego granicama.

Izraz za nesigurnost procijenjenu trokutnom razdiobom je slijedeći:

$$u^2(x_i) = \frac{1}{6} a^2 \quad (3.15)$$

Ako su vrijednosti bliže granicama intervala pojavljivanja tada se koristi U oblik apriorne razdiobe. Varijanca te razdiobe jednaka je:

$$u^2(x_i) = \frac{1}{2} a^2 \quad (3.16)$$

Ispravna uporaba raspoloživih podataka za proračun standardne nesigurnosti B-vrste zahtjeva sposobnost opažanja koja se temelji na iskustvu i općem znanju, a to je vježba koja se praksom može naučiti. Trebalo bi priznati da proračun standardne nesigurnosti B-vrste može biti isto tako pouzdan kao i proračun A-vrste, posebno u mjernim situacijama gdje se proračun A-vrste temelji na razmjerno malom broju statistički neovisnih mjerenja.

3.2.3 Proračun standardne nesigurnosti procjene izlazne veličine

Standardna nesigurnost veličine y , gdje je y procjena mjerene veličine Y pa prema tome i mjernog rezultata, dobiva se odgovarajućim sastavljanjem standardnih nesigurnosti procjena ulaznih veličina x_1, x_2, \dots, x_N .

Ulazne veličine X_1, X_2, \dots, X_N mogu biti:

- međusobno neovisne (nekorelirane),
- međusobno ovisne ili korelirane.

Ako promjena jedne ulazne veličine ne izaziva promjenu niti jedne druge, kvadrat sastavljene standardne nesigurnosti procjene izlazne veličine y dan je izrazom:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad (3.17)$$

Standardna nesigurnost $u_i(y)$ pridružena procjeni izlazne veličine dobiva se iz standardne nesigurnosti pridružene procjeni x_i ulazne veličine, a njen kvadrat se računa prema slijedećem izrazu:

$$u_i^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[\frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) \quad (3.18)$$

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad (3.19)$$

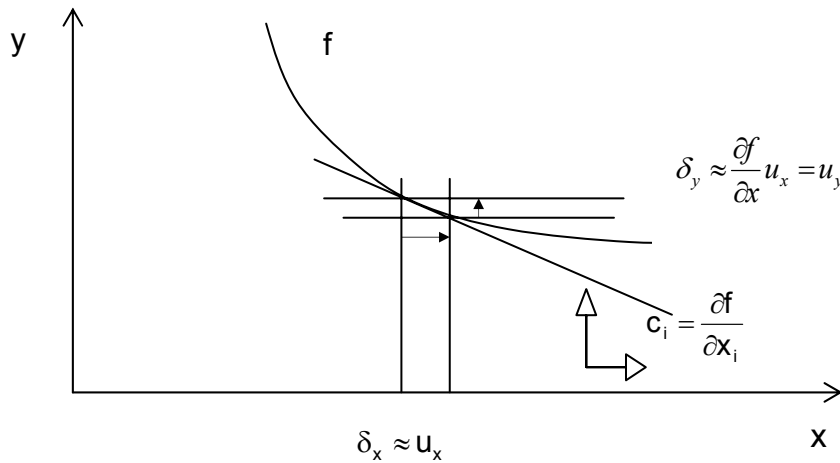
gdje je c_i - koeficijent osjetljivosti. Ovaj koeficijent osjetljivosti opisuje u kojoj mjeri na procjenu y izlazne veličine utječe promjena procjene x_i ulazne veličine.

U slučaju kada je nelinearnost funkcije f značajna u izraz za sastavljenu varijancu moraju se uključiti i članovi višeg reda njezina razvoja u Taylerov red prema izrazu 3.20.

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left(\frac{1}{2} c_{ij}^2 + c_i \cdot c_{ijj} \right) u^2(x_i) u^2(x_j) \quad (3.20)$$

gdje su: $c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$, $c_{ij} = \frac{\partial^2 f}{\partial x_i \partial x_j}$, $c_{ijj} = \frac{\partial^3 f}{\partial x_i \partial x_j^2}$ koeficijenti osjetljivosti.

Derivacije, koje se nazivaju koeficijenti osjetljivosti, opisuju kako se procjena vrijednosti izlazne veličine y mijenja s promjenama vrijednosti procjena ulaznih veličina x_1, x_2, \dots, x_N , (slika 3.7).



Slika 3.7: Koeficijent osjetljivosti [10]

Kada su ulazne veličine korelirane, u proračun se moraju uzeti i te korelacije. Tada se sastavljenoj varijanci dodaju i kovarijantni članovi pa se sastavljena standardna nesigurnost procjene izlazne veličine računa prema izrazu:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i, x_j) \quad (3.21)$$

gdje su x_i i x_j procjene veličina X_i i X_j , a $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$ procijenjena je kovarijanca pridružena procjenama x_i i x_j .

Stupanj međusobne ovisnosti ulaznih veličina određuje procijenjeni korelacijski koeficijent $r(x_i, x_j)$:

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i)u(x_j)} \quad (3.22)$$

S pomoću korelacijskih koeficijenata $r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i)u(x_j)}$ i koeficijenata osjetljivosti

$c_i = \frac{\partial}{\partial x_i}$ izraz (3.21) postaje:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (3.23)$$

Ove korelacije ne smiju se neoprezno zanemarivati i treba ih procjenjivati na temelju iskustva ili ispitivanja njihovog stvarnog djelovanja, pri čemu je potrebno rabiti sve raspoložive podatke.

3.2.4 Određivanje povećane nesigurnosti

Povećana mjerna nesigurnost je veličina koja određuje interval oko mjernog rezultata za koji se može očekivati da obuhvaća veliki dio razdiobe vrijednosti koje bi se razumno mogle pripisati mjerenoj veličini. Povećana nesigurnost dobiva se množenjem sastavljene standardne nesigurnosti faktorom pokrivanja k , a označuje se s U .

$$U = k \times u_c(y) \quad (3.24)$$

Vrijednost faktora pokrivanja k može se naći samo ako postoji široko znanje o razdiobi vjerojatnosti svake ulazne veličine i ako se te razdiobe sastavljaju da bi se dobila razdioba izlazne veličine. Procjene x_i ulaznih veličina i njihove standardne nesigurnosti $u(x_i)$ same nisu prikladne za tu svrhu. Stoga se zahvaljujući centralnom graničnom teoremu pretpostavlja da je razdioba vjerojatnosti veličine $(y - Y) / u_c(y)$, t -razdioba. Pri tome je faktor pokrivanja $k = t_p(v_{eff})$, s t_p faktorom koji se temelji na stvarnom broju stupnjeva slobode v_{eff} nesigurnosti $u_c(y)$ dobivene iz Welch – Satterthwaiteove formule (3.24).

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (3.24)$$

Za mnoga praktična mjerenja faktor pokrivanja k će biti u području između 2 i 3 [2]. U slučajevima gdje je razdioba vjerojatnosti opisana s y i $u_c(y)$ približno normalna, a broj stupnjeva slobode sastavljene standardne nesigurnosti $u_c(y)$ značajan po iznosu, može se pretpostaviti da uzimanje $k=2$ daje interval uz vjerojatnost od približno $P=95\%$. Međutim čak i ako razdiobe veličina X_i nisu normalne, razdioba veličine y često se približno opisuje normalnom razdiobom uz primjenu centralnog graničnog teorema. Međutim, za posebne primjene k može biti i izvan tog područja. U određenim

slučajevima u praksi može se dogoditi da određeni uvjeti koje zahtijeva centralni granični teorem nisu ispunjeni, te njegova primjena može dovesti do neprihvatljivih rezultata. Također ako je funkcijski odnos između y i njezinih ulaznih veličina nelinearan, a razvoj te funkcije u Taylorov red uz zadržavanje samo prvih članova razvoja nije prihvatljivo približno određenje, razdioba vjerojatnosti izlazne veličine Y ne može se dobiti konvolucijom razdioba ulaznih veličina. U takvim slučajevima zahtijevaju se druge analitičke ili numeričke metode. Shematski prikaz proračuna mjerne nesigurnosti dat je na slici 3.8.

Iskazivanje mjernog rezultata treba prilagoditi namjeni. Ne može se očekivati da se mjerni rezultati jednako iskazuju u znanstvenim radovima i izveštajima svakodnevnih rutinskih mjerenja. U znanstvenim radovima i dokumentima vrhunskog mjeriteljstva mjerni rezultat treba sadržavati sve relevantne podatke koji omogućuju upotrebu, provjeru i obnavljanje navedenog rezultata i njegove mjerne nesigurnosti. Najmanje što treba navesti je [27]:

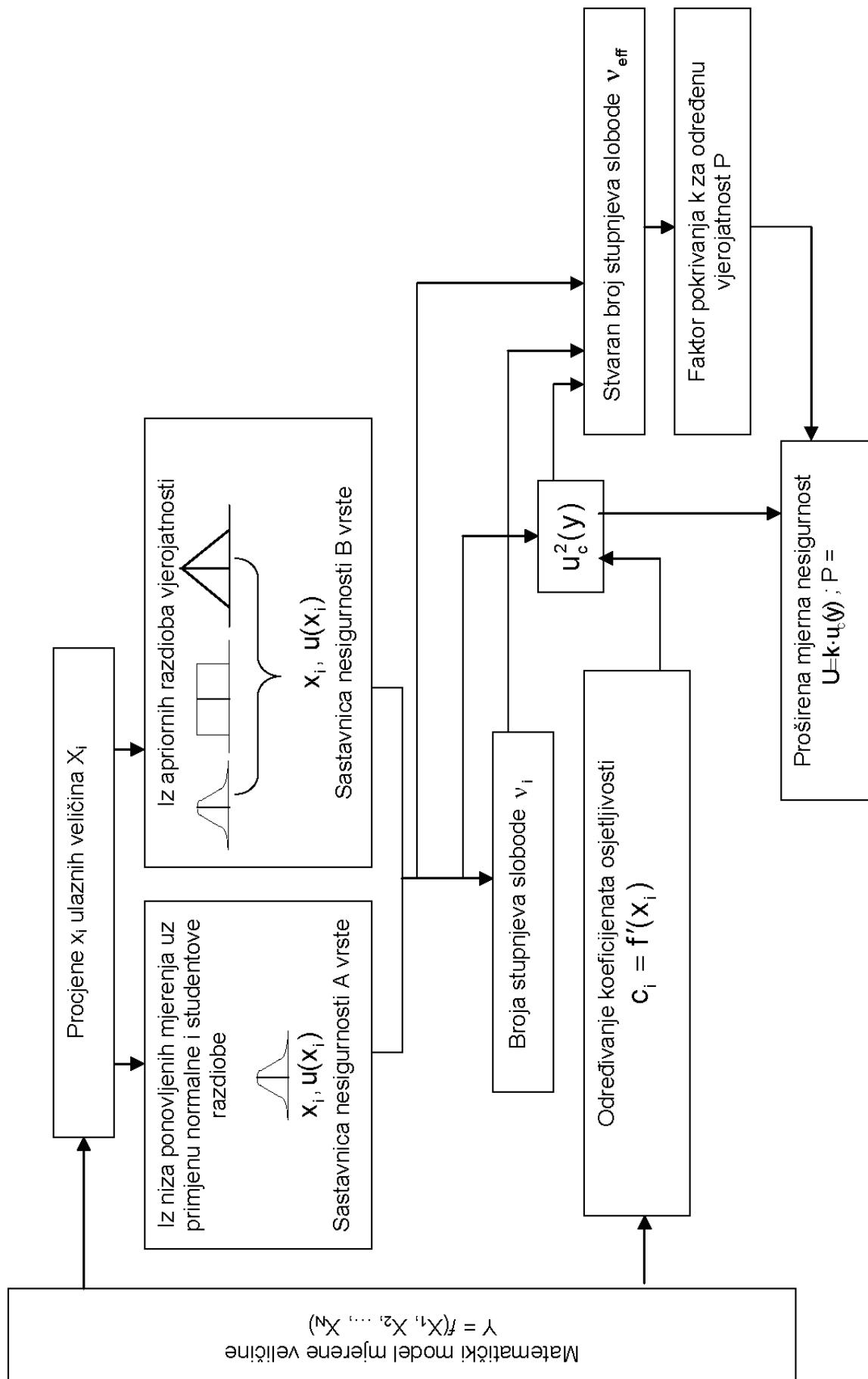
- opis postupka mjerenja,
- opis postupka izračunavanja mjernog rezultata na temelju izmjerenih vrijednosti i ostalih ulaznih podataka (uključujući primijenjene pretpostavke),
- vrijednosti svih komponenti nesigurnosti, način procjene ukupne nesigurnosti mjernog rezultata,
- dovoljno detaljno sve korake obrade mjerenja (tako da se mogu pratiti i ponoviti),
- sve ispravke i procjene njihove nesigurnosti,
- sve konstante, koje su upotrebljavane pri obradi mjerenja, i njihove nesigurnosti.

U krajnjem iskazu dovoljno je mjernu nesigurnost iskazivati dvjema značajnim brojkama, a vrijednost mjernog rezultata zaokružiti na razini vrijednosti zadnje značajne brojke nesigurnosti. U međurezultatima preporučuje se zadržati jednu znamenku više. Mjerne nesigurnosti mogu se iskazati u relativnim, postotnim ili apsolutnim iznosima.

Kada postoje opravdani razlozi, mjerna nesigurnost rezultata se može iskazati proširenom nesigurnošću U kao što je prikazano u izrazu (3.25).

$$Y = y \pm U(k, P) \quad (3.25)$$

Tada je potrebno navesti faktor pokrivanja k i razinu povjerenja P .



3.8: Shematski prikaz proračuna proširene mjerne nesigurnosti GUM metodom [10]

3.3 Postupak izračunavanja mjerne nesigurnosti

Ovo je postupak koji treba slijediti pri procjenama mjerne nesigurnosti [28]:

1. Izraziti matematičku ovisnost mjerene (izlazne) veličine Y o ulaznim veličinama X_i prema jednadžbi $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$. Funkcija f mora sadržavati sve veličine, uključivo ispravke i korekcijske faktore, koji mogu značajnije pridonijeti nesigurnosti mjernog rezultata.
2. Odrediti x_i , koji je procijenjena vrijednost ulaznih veličina X_i , bilo na temelju statističke analize niza opažanja ili na neki drugi način.
3. Procijeniti standardnu nesigurnost $u(x_i)$ za svaki procijenjeni x_i . Mjeritelj mora procijeniti i odabrati postupak prema A ili B vrsti procjene nesigurnosti.
4. Procijeniti kovarijance pridružene svakoj ulaznoj veličini za koju se procjenjuje da korelira s nekom drugom.
5. Proračunati mjerni rezultat, tj. njegovu procjenu y mjerene veličine Y iz funkcijskog odnosa f tako da se za ulazne veličine X_i rabe procijenjeni x_i .
6. Odrediti sastavljenu standardnu mjernu nesigurnost $u_c(y)$ mjernog rezultata y uporabivši standardne nesigurnosti i kovarijance pridružene procijenjenim ulaznim veličinama. Ako mjerenje određuje više od jedne izlazne veličine, odrediti njihove kovarijance.
7. Ako je potrebno, iskazati proširenu mjernu nesigurnost U , s nakanom da se odredi raspon $y-U$ do $y+U$, za koji se može očekivati da će sadržavati veliki dio razdiobe vrijednosti koja se razborito pripisuje mjerenoj veličini Y .
8. Iskazati rezultat y zajedno sa sastavljenom standardnom mjernom nesigurnošću $u_c(y)$ ili proširenom mjernom nesigurnošću U . Potrebno je opisati postupak kako su dobivene ove nesigurnosti.

3.4 Sljedivost mjerenja

3.4.1 Značenje mjerne sljedivosti

Upravljanje, umjeravanje i održavanje mjerne i ispitne opreme osigurava "ispravnost" mjerenja u svim proizvodnim procesima. Umjeravanje mjerne i ispitne opreme i sljedivost mjerenja prema nacionalnim etalonima također su važni zahtjevi za rad mjeriteljskog i ispitnog laboratorija, te predstavljaju osnovne preduvjete za ovlašćivanje laboratorija.

Pod sljedivošću podrazumijeva se postupak kojim se pokazivanje mjerila (ili tvarne mjere) može usporediti s nacionalnim etalom dotične mjerne veličine u jednom ili više koraka (stupnjeva). Formalno sljedivost se određuje kao "svojstvo mjernog rezultata ili vrijednosti kojeg etalona po kojemu se on može dovesti u vezu s navedenim referencijskim etalonima neprekinutim lancem usporedaba koje imaju utvrđene nesigurnosti" [1]. U svim tim stupnjevima umjeravanje se provodi etalom čija je metrologijska kakvoća već određena umjeravanjem etalom na višoj razini.

Koncepcija sljedivosti može imati jedno od tri osnovna značenja:

- u odnosu na proizvod - ona se odnosi na porijeklo materijala ili dijelova, ili naslijed obrade proizvoda ili na raspodjelu i smještaj proizvoda nakon isporuke;
- kod umjeravanja - ona povezuje mjerne uređaje s nacionalnim ili međunarodnim etalonima, primarnim etalonima, temeljnim fizikalnim konstantama i značajkama ili s referencijskim materijalom;
- u odnosu na obuhvaćene podatke - dovode se u vezu svi izračuni i podaci sa zahtjevima na kakvoću.

Sljedivost ispitivanja i mjerenja ne obuhvaća samo tehničke mjere poput umjeravanja, već i organizacijske u provedbi ispitivanja i mjerenja. S tog stajalištamoraju se moći identificirati sve osobe koje su planirale i izvodile mjerenja ili su na neki drugi način sudjelovale u njima.

3.4.2 Elementi sljedivosti

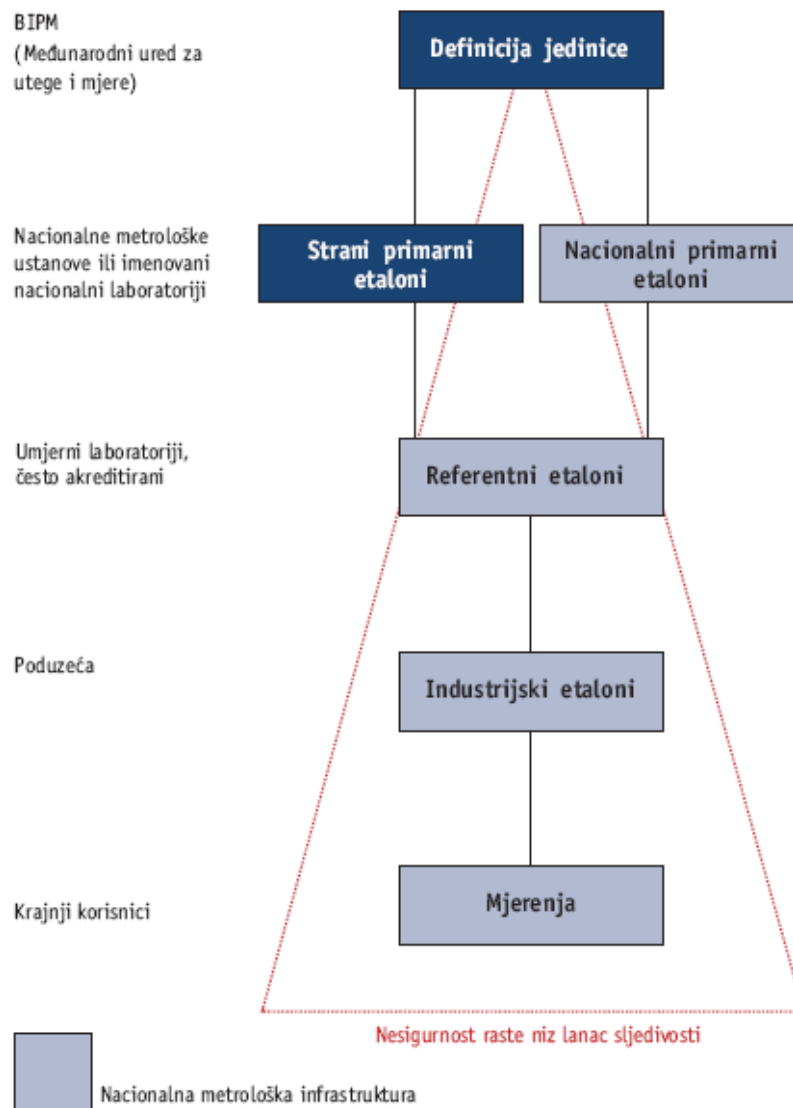
Prema dokumentu EAL – G12 sljedivost se sastoji od više sastavnica koje ju karakteriziraju. Tako se sljedivost sastoji od slijedećih elemenata [29]:

- *Neprekinuti lanac usporedaba* – kojima se može doći do etalona prihvatljiva za sve strane, obično nacionalnog ili međunarodnog etalona.
- *Mjerna nesigurnost* – mjerna se nesigurnost mora računati za svaki korak u lancu sljedivosti u skladu s određenim metodama, te mora biti iskazana tako da se za cijeli lanac može izračunati sveukupna mjerna nesigurnost.
- *Dokumentacija* – svaki se korak u lancu mora provoditi u skladu s dokumentima i općenito prihvaćenim postupcima; rezultati se moraju dokumentirati na isti način.
- *Mjerodavnost* – laboratorij i tijela koja provode jedan ili više koraka u lancu umjeravanja moraju pružiti dokaz o svojoj tehničkoj mjerodavnosti (npr. dokazom o ovlašćivanju).
- *Upućivanje na SI jedinice* – lanac usporedaba mora završavati primarnim etalonima za ostvarenje SI jedinica.
- *Ponovna umjeravanja* – umjeravanja se moraju opetovati u odgovarajućim vremenskim odsječcima; duljine tih odsječaka ovise o nizu varijabla (npr. zahtjevanoj nesigurnosti, čestoći uporabe, načinu uporabe, stabilnosti opreme).

3.4.3 Osiguranje sljedivosti

Osiguranje sljedivosti postiže se prvenstveno umjeravanjem i/ili verifikacijom mjerne i ispitne opreme u laboratorijima koji mogu pokazati svoju sljedivost i osposobljenost. Laboratoriji moraju imati razvijen umjerni sustav za svu opremu koja se nalazi u laboratoriju. Za opremu koja podliježe umjeravanju, laboratorij mora uspostaviti i provoditi program umjeravanja i/ili verifikacije opreme kako bi osigurao,

gdje je to moguće, sljedivost mjerenja koja provodi do državnog, međunarodnog ili definicijskog etalona. S obzirom na svoje mogućnosti, svaka zemlja će napraviti svoj ustroj za osiguranje sljedivosti za određenu mjernu veličinu. Kako izleda lanac sljedivosti na međunarodnoj razini najbolje prikazuje slika 3.9.



Slika 3.9: Lanac mjerne sljedivosti [30]

U slučajevima kada se ne može dokazati sljedivost ispitnog/mjernog rezultata, kao što su:

- ne postoje odgovarajući viši etaloni,
- ukupnoj nesigurnosti doprinose više neki drugi uzroci nego upotrijebljena oprema,
- mjerenja i ispitivanja gdje sljedivost do SI jedinica nije relevantna,

tada se usporedivost takovih rezultata ostvaruje na slijedeće načine:

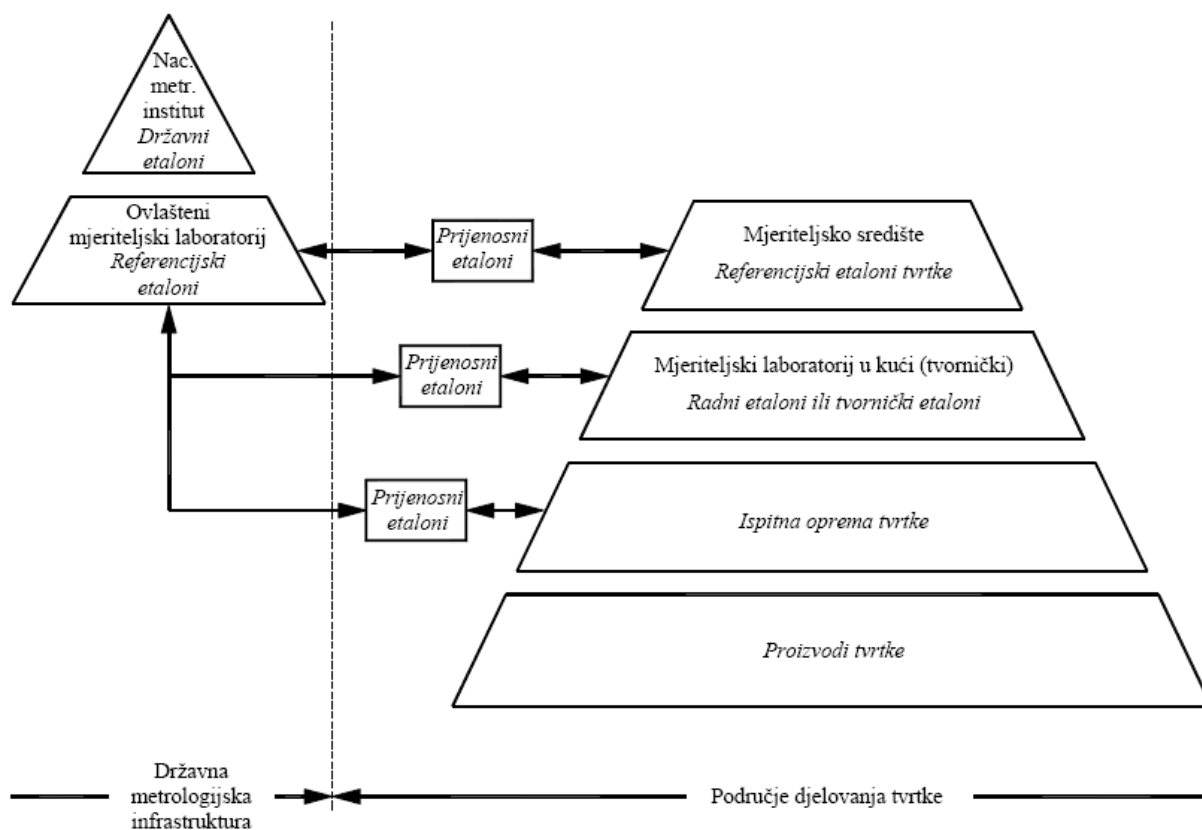
- sudjelovanje u prikladnim programima međulaboratorijske usporedbe,

- uporabom prikladnih referencijskih etalona koji su sljedivi do SI mjernih jedinica ili do međunarodno ili državno certificiranih referencijskih materijala.

3.5 Umjeravanje opreme

Umjeravanje znači određivanje i dokumentiranje odstupanja pokazivanja mjerila (ili utvrđene vrijednosti tvarne mjere) od dogovorene “istinite” vrijednosti mjerene veličine. To je skup postupaka kojim se u određenim uvjetima uspostavlja odnos između vrijednosti veličina koje pokazuje neko mjerilo ili mjerni sustav ili vrijednosti koje pokazuje neka tvarna mjera ili neka referencijska tvar i odgovarajućih vrijednosti ostvarenih etalonima [1]. To se dokazuje dokumentom – Potvrda o umjeravanju. Postavlja se pitanje koja je svrha umjeravanja a time i provođenja mjerne sljedivosti. Osnovni razlog je da bi se osigurala ujednačenost mjerenja u tvrtki proizvođača proizvoda i kupca koji taj proizvod ugrađuje, odnosno mora postojati jamstvo da proizvođač i kupac mjere “istom mjerom”.

Na slici 3.10 je prikazana hijerarhija umjeravanja u jednoj zemlji gdje je uočljivo kako vlastiti sustav za umjeravanje može uzajamno djelovati s postojećom metrolozijskom infrastrukturom.



Slika 3.10: Hijerarhija umjeravanja [31]

3.6 Najveća mjerna sposobnost

Najveća mjerna sposobnost jedan je od parametara koji se upotrebljavaju za određivanje opsega djelovanja kojeg ovlaštenog laboratorija. U dokumentu Europske suradnje na ovlašćivanju EA-04/02: "Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration" najveća mjerna sposobnost (uvijek se odnosi na kakvu posebnu veličinu odnosno mjerenu veličinu) definira se kao najmanja mjerna nesigurnost koju kakav laboratorij može postići u okviru svog ovlaštenja kad provodi više ili manje svakodnevna umjeravanja gotovo idealnih mjernih etalona čija je svrha definirati, ostvarivati, čuvati ili obnavljati jedinicu te veličine ili jednu ili više njezinih vrijednosti ili kad provodi više ili manje svakodnevna umjeravanja gotovo idealnih mjerila oblikovanih za mjerenje te veličine [23].

Ocjena najveće mjerne sposobnosti laboratorija ovlaštenih za umjeravanje treba se temeljiti na metodi opisanoj u dokumentu EA-4/02, ali se obično mora potkrijepiti ili potvrditi pokusom. Kako je najveća mjerna sposobnost jedan od najbitnijih podataka, njeno značenje je višestruko. Neka od važnijih značenja su:

- koristi mogućim korisnicima usluga ovlaštenih laboratorija da procijene prikladnost laboratorija da za njih provodi posebne poslove na umjeravanju u laboratoriju ili na terenu (ovisno o potrebnoj, za njih zadovoljavajućoj nesigurnosti),
- omogućava uspoređivanje sposobnosti različitih mjeriteljskih laboratorija, posebno laboratorija koje su ovlastila različita tijela za ovlašćivanje (u ovom slučaju moraju biti usklađeni iskazi najveće mjerne sposobnosti).

Najveća mjerna sposobnost mora se iskazivati na istoj razini koja se zahtijeva za potvrde o umjeravanju, tj. u obliku povećane nesigurnosti obično s faktorom pokrivanja $k = 2$. (Samo u onim iznimnim slučajevima gdje se ne može pretpostaviti da se mjerni rezultati pokoravaju normalnoj razdiobi ili se ocjena temelji na ograničenim podacima, najveća se mjerna sposobnost treba iskazivati s vjerojatnošću pokrivanja od približno 95%).

Najveća mjerna sposobnost obično se iskazuje u programu ovlašćivanja ili drugoj dokumentaciji koja prati odluku o ovlašćivanju ili potvrdu o ovlašćivanju, koja se u mnogim slučajevima izdaje kao dokaz o ovlašćivanju, a mora se nalaziti u adresarima ovlaštenih laboratorija koje redovito izdaju tijela za ovlašćivanje. Najveća mjerna sposobnost obično se treba iskazivati broičano. Gdje je najveća mjerna sposobnost funkcija veličine na koju se odnosi (ili kakva drugoga parametra), ona se treba davati u analitičkom obliku, ali u tom slučaju može biti prikladno prikazati je i kakvim dijagramom. Uvijek treba nedvosmisleno objasniti daje li se najveća mjerna sposobnost u apsolutnim ili relativnom iznosima [32].

4. NESIGURNOSTI MJERENJA TVRDOĆE

4.1 Općenito

Vrijednost tvrdoće je rezultat mjerenja provedenog na ispitnom uzorku pod standardnim uvjetima i zasnovana je na dogovorenim konvencijama. Određivanje tvrdoće se u osnovi obavlja u dva koraka:

1. stvaranje otiska pod propisanim uvjetima i
2. određivanje karakterističnih dimenzija otiska (srednja vrijednost promjera ili srednja vrijednost dijagonala; dubina utiskivanja).

Mjerenje tvrdoće je korisno ako su dobiveni rezultati na različitim mjestima kompatibilni u okviru određenog intervala mjerne nesigurnosti. Nesigurnost mjernog rezultata dobivenog na uređaju za mjerenje tvrdoće odražava pomanjkanje potpuna znanja o vrijednosti mjerene veličine. Stoga je jako bitno definirati matematički model za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti pojedinih utjecajnih veličina na mjerenje tvrdoće. Utjecaj nekih ovih veličina je moguće procijeniti i kvantificirati kroz provođenje opetovanih mjerenja u uvjetima ponovljivosti, dok kod drugih je potrebno dati znanstvenu prosudu koja bi se temeljila na svim mogućim raspoloživim podacima.

Općenito pogreške koje utječu na mjerenje vrijednosti tvrdoće, a mogu biti uzrokovane različitim utjecajnim faktorima, mogu se klasificirati kako slijedi:

- a) sustavne pogreške:
 - instrumenata;
 - mjeritelja;

b) slučajne pogreške:

- instrumenata;
- mjeritelja.

Sustavne i slučajne pogreške mjernih instrumenata se često ne mogu razlučiti. Neki eksperimentalni postupci i rezultati daju samo naslutiti o prirodi i veličini tih pogrešaka.

4.2 Parametri koji utječu na nesigurnost mjerenja tvrdoće

Mjerenje tvrdoće utiskivanjem se često može smatrati nerazarajućom metodom, jer se i nakon toga ispitani dio može koristiti. No, destrukcija u stvarnoj točki ispitivanja onemogućuje provjeru nesigurnosti postupka pomoću ponovljenog mjerenja u istoj točki. Stoga je važno, da se svako pojedino mjerenje provodi uz visok stupanj točnosti.

Razni parametri utječu na nesigurnost mjerenja tvrdoće u većem ili manjem opsegu, a podijeljeni su u grupe prema mjestu nastanka:

1. ispitni uzorak,
2. uređaj za mjerenje tvrdoće,
3. okoliš,
4. mjeritelj,

U tablici 4.1 se navodi više od dvadeset izvora nesigurnosti, koji svi značajno mogu doprinijeti ukupnoj nesigurnosti mjerenja tvrdoće. Ti izvori nesigurnosti ne utječu na svako mjerenje na svakoj razini u metrološkom nizu prikazanom na slici 2.13.

Tablica 4.1: Izvori nesigurnosti mjerenja tvrdoće [16]

Utjecajni faktori	Izvori nesigurnosti	Napomena	Parametar
1. Ispitni uzorak	Mala debljina ispitnog uzorka		
	Krutost pomoćnih dijelova		
	Hrapavost površine	Isključivo značajno, ako je izabrana ispitna metoda nije svojstvena.	
	Veličina zrna u mikrostrukturi		
	Nehomogena raspodjela tvrdoće		
	Čistoća površina		
2. Uredaj za mjerenje tvrdoće (tvrdomjer)			
a) Okvir tvrdomjera	Gubici uslijed trenja		
	Elastična odstupanja		
	Nagib držača indentora		
	Greška pokazivanja	Isključivo značajno samo za Rockwell	h
	Slaba rezolucija		
b1) Sposobnost mjernog sustava	Nelinearnost		
	Histereza		
	Greška pokazivanja	Isključivo značajno samo za Brinell, Vickers, Knoop	
	Slaba rezolucija		
	Numerički otvor objektivna ili osvjetljenja		
c) sustav opterećivanja	Nehomogenost osvjetljenja otiska		
	Odstupanje od nominalne sile		predopterećenje, glavno opterećenje F_0, F
	Odstupanje od vremenskog intervala ciklusa		trajanje predopterećivanja / glavnog opterećivanja t_0, t
	Uvođenje sile		
	Prekoračenje vrijednosti sile		brzina utiskivanja
d) indentor	Odstupanje od idealnog oblika		polumjer i kut indentora r, α
	Oštećenja		
	Deformacija pod djelovanjem sile	Isključivo značajno za indente od metala	
3. Okoliš	Temperaturna odstupanja ili strujanja zraka		
	Vibracije i udarci		
4. Mjeritelj	Pogrešan izbor metode		
	Rukovanje, očitavanje, procjena pogrešaka		

4.2.1 Ispitni uzorak

Tablica 4.1 pokazuje da ispitni uzorak materijala uvodi u igru značajan broj nesigurnosti. Na primjer, debljina ispitnog uzorka može utjecati na mjerenju tvrdoću ukoliko se odabere kriva metoda. Što je dublji otisak, to debljina ispitnog uzorka mora biti veća i za svaku metodu je definirana minimalna debljina uzorka. Pretanki uzorak će pokazati veću tvrdoću zbog efekta nakovnja. Uz to, ukoliko je uzorak pretanak kako bi podržao ispitnu silu tijekom mjerenja, može se oštetiti i sam indenter, a to utječe na pouzdanost svih daljnjih mjerenja koja se provode s tim indenterom.

Kvaliteta površine ispitnog uzorka također može značajno utjecati na rezultate mjerenja tvrdoće. Grublja površina zahtijeva veću silu i/ili veći indenter, kako bi proizveo veći otisak. Brinell-ova metoda je najprikladnija, jer na nju manje utječe gruba površina, nego na Rockwell-ovu ili Vickers-ovu metodu. Iako Brinell-ova mjerenja bolje podnose varirajuću završnu obradu, ipak i za ovu metodu postoje granice za dozvoljenu hrapavost površine. Općenito, jednoobraznost završne obrade površine je važna za ponovljivost i obnovljivost rezultata mjerenja.

Čistoća površine je također jedan od kritičnih faktora mjerenja tvrdoće. Ukoliko se na površini nalaze masti, oksidi ili prašina, to može uzrokovati značajna odstupanja rezultata; štoviše, ispitni materijal ili referentna pločica se mogu ireverzibilno oštetiti.

4.2.2 Uređaj za mjerenje tvrdoće

Konstrukcija, sastavljanje i uvjeti uređaja za mjerenje tvrdoće (ovdje se podrazumijevaju i etalonski i ispitni tvrdomjeri) su vrlo značajni za pouzdanost dobivenih rezultata. Jako trenje pri dovođenju odgovarajućeg opterećenja može uzrokovati naprezanja i nemogućnosti ispravnog ponavljanja mjerenja. Čak i uređaji koji pravilno rade mogu dati loše rezultate zbog jakog trenja u sustavu za primjenu sile. Slični doprinos nesigurnosti, zbog malog trenja, se može očekivati kod sustava za mjerenje dubine otiska.

Jaka iskrivljenost okvira uređaja i sustav koji podržava ispitivani uzorak mogu također uzrokovati probleme. Odstupanja od 1 do 3 jedinice tvrdoće nisu rijetkost zbog nepravilnog pridržavanja ispitnog uzorka i jakih izobličenja okvira tvrdomjera.

Sustav za opterećivanje mora stalno davati točne sile. Vrlo kvalitetna mjerna oprema mora biti u stanju primjenjivati sile u granicama od $\pm 1\%$ F na razini korisnika ili čak od $\pm 0,1\%$ F nazivne sile kod etalonskih tvrdomjera. Pri procesu djelovanja opterećenja zahtijeva se da brzina i vrijeme zastoja, u kojem se opterećenje primjenjuje, budu definirani. Varijacije cikličkih parametara ispitivanja, koje se mogu javiti kod nekih ručno kontroliranih tvrdomjera, mogu dovesti do varijacija u rezultatu (npr. kod Rockwell metode do ± 1 HRC pri 60 HRC). Mekši materijali i materijali koji se podložni mehanizmu hladnog deformacijskog očvrnuća, mogu dati značajno veće nesigurnosti. U tim slučajevima treba specifično procjenjivati nesigurnost vremena zastoja primjenjene sile i brzinu utiskivanja indentora.

Karakteristike indentora također utječu na nesigurnost mjerenja tvrdoće. Relativno se jednostavno proizvodi kuglica željenih dimenzija za Brinell-ovu metodu. No, držač

kuglice je glavni izvor nesigurnosti. Dijamantni indentori se mnogo teže proizvode u željenom obliku. Potencijalni izvori nesigurnosti su značajni, no u tom kontekstu nije potrebno detaljno kategorizirati učinak svakoga. Ovdje se može primijetiti da na temelju posljednjih istraživanja više autora prikazanih u dokumentu [33], najbolji dijamantni Rockwell indentori, koji se danas proizvode, daju varijacije do $\pm 0,5$ HRC, ako se uspoređuju na istom tvrdomjeru. Indentori slabije kvalitete će dati značajno veće odstupanje.

Nepouzdanost izmjerene Vickers-ove i Brinell-ove tvrdoće u najvećem dijelu je uzrokovana mjerenjem veličine otiska. Stvarna nesigurnost je često veća od one koja bi se mogla očekivati prema specifikacijama navedenim u normama. U nastavku su razmatrana neka istraživanja provedena u nacionalnim institutima i data neka osnovna zapažanja u pogledu utjecaja sustava za očitavanje na izmjerenu vrijednost tvrdoće.

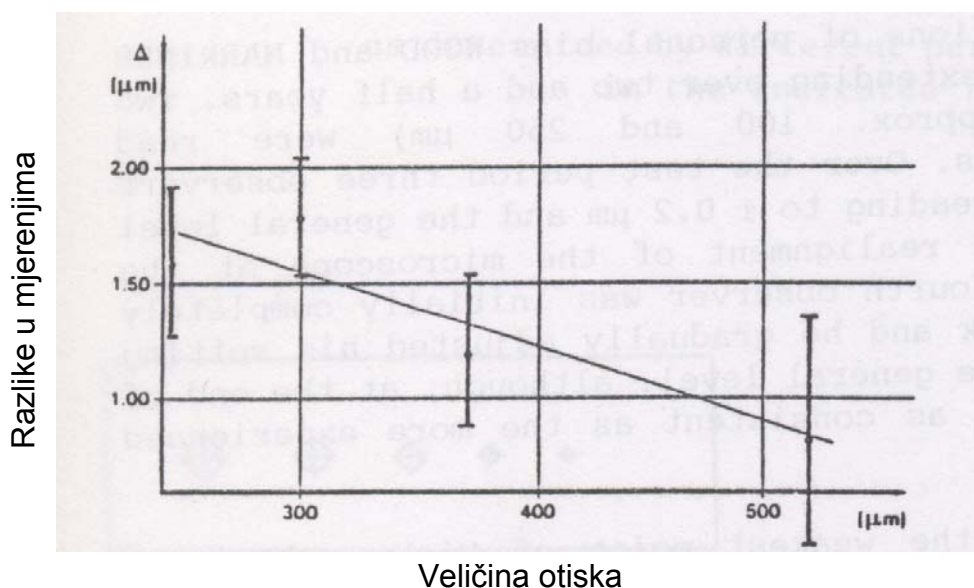
U dokumentu OIML RI br. 10 su propisani zahtjevi na optički sustav: "Mikroskop koji se namjerava koristiti za mjerenje otiska mora biti podešen tako da je cijelo vidno polje jednolično osvijetljeno, kao i da je postignut maksimalni kontrast između otiska i površine ispitnog uzorka"[33].

Ratiu i Prexl [34] su ispitali mjerni mikroskop s 10 različitih kombinacija leća u objektivu i okularu i osvijetljenja vidnog polja. Otisci veličine dijagonale u opsegu 150-600 μm su izmjereni s rezolucijom od 0,06 do 0,65 μm (ukupno povećanje od 42x do 600x). Pri primjeni većih rezolucija izmjerene dijagonale su sustavno bile 3-4 μm duže. Standardna devijacija mjerenja dijagonale se smanjila s 1,5-4 μm na 0,3-0,6 μm kada su rezolucija i ukupno povećanje primjenjeni s boljim mogućnostima u navedenom opsegu rada. Niže vrijednosti u svakom predhodno navedenom rasponu se odnose na Vickers-ove dijagonale paralelne sa smjerom strojne obrade ispitnog uzorka ili one pod kutom od 45° na taj smjer, dok se više vrijednosti odnose na dijagonale okomite na smjer strojne obrade. U ovom posljednjem slučaju kutovi otiska nisu bili jasno definirani.

Meyer i Rossow [35] su izvršili daljnja ispitivanja utjecaja rezolucije na tri komercijalna mjerna mikroskopa. Nije utvrđen nikakav mjerljiv utjecaj. U nekim od serija mjerenja je opažen efekt sličan onome opisanom u istraživanjima Ratiu i Prexl, ali su bili prisutni i pozitivni i negativni pomaci. Zaključak je da nema mjerljivog utjecaja visine povećanja i moći razlučivanja na izmjerene vrijednosti u slučaju ta tri komercijalna mikroskopa.

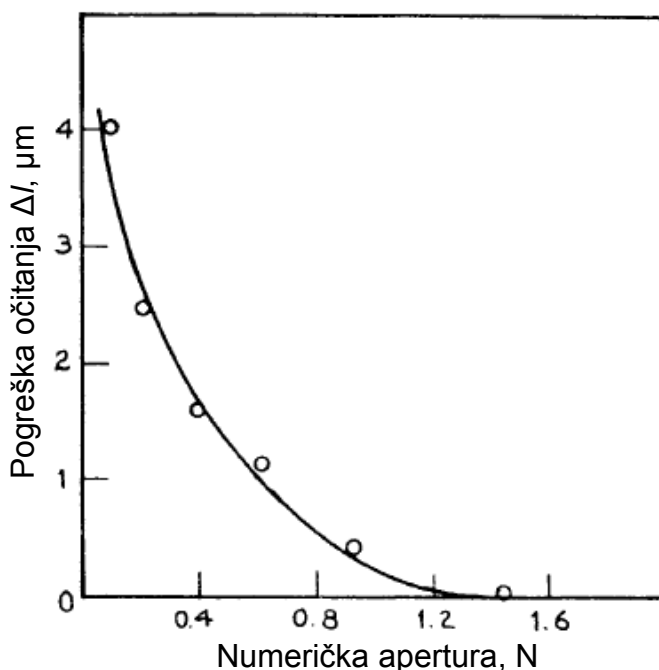
Utjecaj moći razlučivanja su također ispitivali Barbato i Desogus [36]. Izmjerene vrijednosti duljina dijagonala Vickersovih otisaka kao funkcija rezolucije su prikazane na slici 4.1. Uzrok ove pojave nije jasno objašnjen. Optičke distorzije u objektivu mogu dovesti do različitih faktora povećanja u raznim dijelovima vidnog polja. U slučaju dobrih instrumenata ovaj efekt je manji od 1‰. Drugi izvor pogrešaka je mikrometar koji pokazuje pomak položaja končanice. Ova pogreška može biti reda veličine $\pm 2/N_{ob}$ μm gdje je N_{ob} povećanje objektiva. Treći izvor pogrešaka se javlja pri namještanju povećanja mjerne končanice postavljene u ravninu slike. U slučaju dobrih mikroskopa ova pogreška ne prelazi $\pm 2/N_{ob}$ μm . Pažljivim podešavanjem instrumenta ova se vrijednost može smanjiti na $\pm 0,5/N_{ob}$ μm .

Razlike uslijed sistematskih pogrešaka do kojih su došli Barbato i Petik [37] pri mjerenju istih otisaka ("identični ispitni uzorak") u dva različita laboratorija su prikazane na slici 4.1. Te vrijednosti u sebi sadrže i pogreške instrumenata i pogreške mjeritelja.



Slika 4.1: Razlika u mjerenju veličine otiska između dva laboratorija [37]

Leigh analizira utjecaj numeričke aperture na pogrešku očitavanja (slika 4.2). Nadalje, Leigh zaključuje da pogreška mjerenja otiska osim o numeričkoj aperturi leće objektiva ovisi o osvjetljenju i odnosu objektiva i aperture (opisano u literaturi [38]).



Slika 4.2: Pogreške očitavanja s obzirom na različite numeričke aperture [38]

Jedan od uvjeta naveden u definiciji, "identični ispitni uzorak", ne može se u potpunosti ispuniti jer ispitivanje tvrdoće oštećuje mali dio površine uzorka i mjerenje se ne može

ponoviti na istom mjestu. Čak i površina najboljih uzoraka ili etalonskih uzoraka nije u potpunosti jednake tvrdoće, kao što je detaljno raspravljeno u publikaciji OIML-a "Hardness Standard Equipment" [38]. Shodno tome, rasipanje rezultata ponovljenih mjerenja načinjenih na etalonskim tvrdomjerima je djelomično uzrokovano samim uređajima, a dijelom nejednolikom raspodjelom tvrdoće po ispitnoj površini uzorka. Ova dva parametra se trebaju razdijeliti pogodnim postupkom. Pomno planiranje eksperimenata i statističke metode analize rezultata omogućavaju uklanjanje posljedica proizašlih iz nesigurnosti uzrokovanih tvrdomjerom od nesigurnosti uzrokovanih uzorkom.

Prema definiciji, obnovljivost se razlikuje od ponovljivosti u uvjetima mjerenja. Kada se govori o obnovljivosti mjerenje tvrdoće, utjecaj duljeg protoka vremena je prevladavajući a i mjeritelj se može promijeniti. Međutim, oprema i laboratorij su isti.

U OIML-a "Hardness Standard Equipment" [38] detaljno je razmotreno pitanje stabilnosti tvrdoće kroz vremenski tijek te opisani eksperimenti koji su obavljeni u cilju ustanovljavanja rasipanja tijekom vremena. Zaključak je da nije moguće eksperimentalno izolirati vremenska rasipanja ispitnog uzorka i tvrdomjera. Prema mišljenju većine istraživača, koje se zasniva na iskustvu, ispitni uzorak je krivac za većinu rasipanja veličina tijekom protoka vremena. Petik [39] procjenjuje da se može uzeti da je nesigurnost tvrdomjera, do koje dolazi protokom vremena, jednaka parametru ponovljivosti uređaja. Marriner [40] drži da tvrdomjeri zadržavaju stabilnost u granicama $\pm 0,5 \%$ HV30 više od 10 godina.

4.2.3 Okoliš

Temperatura okoliša može značajno utjecati na rezultate mjerenja tvrdoće, naročito kod manjih duljina dijagonala otiska. Na primjer, kod donje granice duljine dijagonale od 20 μm za Vickers metodu ili minimalne dubine prodiranja indentora od samo 6 μm do 7 μm za Rockwell skale N i T utjecaj okoliša može dovesti do velikih rasipanja rezultata mjerenja. Shodno odgovarajućim normama, propisano temperaturno područje za ispitna mjerenja je 10 °C do 35°C a za umjeravanje referentnih pločica je 23 °C \pm 5 °C. Za neke skale tvrdoće su ove granice prevelike, no rad izvan tih granica u svakom slučaju treba zabrinjavati. Ukoliko se to ne može izbjeći, treba provesti komparativna mjerenja, kako bi se procijenio utjecaj temperature.

Vibracije, električne interferencije i nedostatak čistoće mogu dovesti do značajnih problema koji se teško kvantificiraju. Mjerenja mikro tvrdoće s ultra malom silom, zahtijevaju naravno potpunu odsutnost vibracija, dok zahtjevi za vibracijama pri ispitnim silama iznad 200 mN nisu tako kritični.

4.2.4 Mjeritelj

Položaj mjernih točaka ispitivanja na površini uzorka je vrlo važan u mnogo slučajeva. Mjerenja blizu ruba uzorka ili na točkama koje su blizu jedna drugoj mogu prouzročiti velike nesigurnosti. Kod uređaja gdje mjeritelj direktno očitava veličinu otiska prisutna je subjektivnost mjeriteljeva očitavanja. Ovo su samo neke od pogrešaka koje mogu nastati uslijed nestručnosti mjeritelja, njegova nepoznavanja metode mjerenja tvrdoće ili subjektivnosti. Stoga je mjeritelj još jedan čimbenik koji može utjecati na nesigurnost mjerenja tvrdoće. Neka današnja mjerila tvrdoće su tako koncipirana da cijeli postupak mjerenja provode automatski kako bi utjecaj mjeritelja bio minimalan, no bez obzira na to, mjeritelj je još uvijek od bitnog značenja za uspješno mjerenje tvrdoće.

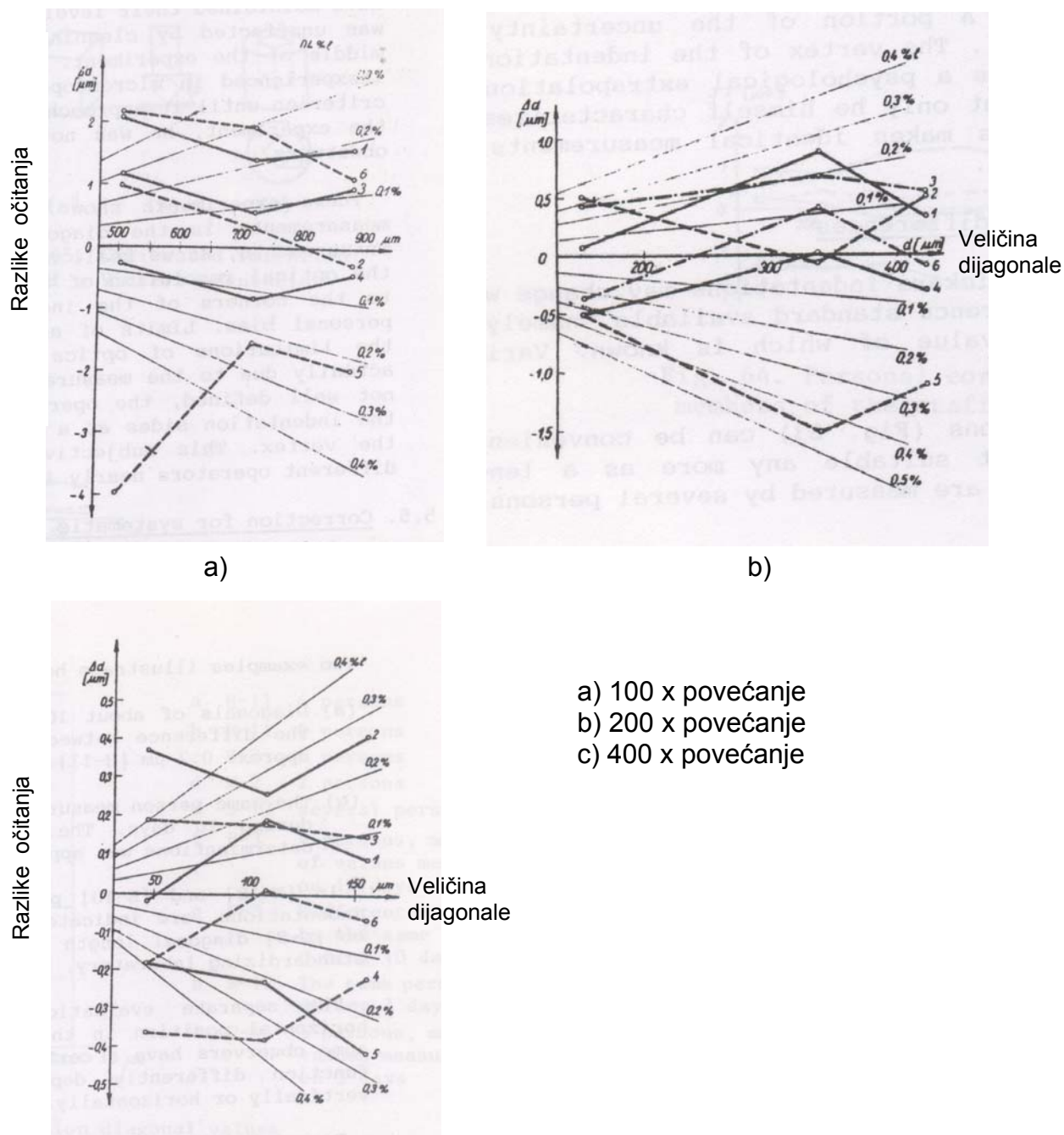
U cilju jasnog definiranja odnosa između vizualne procjene osobe koja rukuje mjernim instrumentima i točnosti mjerenja, Yano [41] je proveo opsežno istraživanje o međudjelovanju mjeritelja i mjernog uređaja. Problem je postavljen kao proučavanje sustava čovjek-stroj. Mjerenje Vickersovih otisaka je tipičan primjer gdje se pojavljuju individualne razlike u vizualnoj procjeni. Da bi se utvrdile te razlike načinjen je eksperiment koji analizira odstupanja u skladu sa slijedećim parametrima: individualne razlike, razina obučenosti mjeritelja, nepouzdanost pri ponovljenim mjerenjima i međudjelovanju ovih parametara. Eksperiment je pokazao da individualne razlike između osoba imaju više različitih uzroka, koji su povezani jedan s drugim. Tako nije uvijek lako ispravno ocijeniti individualne razlike ili pokazati da one nisu ugrađene u izmjerene vrijednosti. Ne može se reći da je osoba s velikom vještinom uvijek u mogućnosti izvesti nepristrano mjerenje. U skladu s njihovim ponašanjem na duži rok, mjeritelji koji rade s mikroskopima se mogu podijeliti u tri tipa:

- stabilne tipove,
- tipove koji se korigiraju i
- nestabilne tipove.

Veličina iskustva u mjerenju utječe na individualne razlike. Ova pojava je međutim u literaturi također analizirana sa stajališta karaktera mjeritelja. Opaženo je da psihološke reakcije, uključujući govor i ponašanje osoba koje obavljaju mjerenja sadrži neke parametre koji su svojstveni za tu osobu, a ti parametri po svoj prilici imaju utjecaja na točnost mjerenja. Promatrani mjeritelji su tako podvrgnuti testiranju karaktera (Moseleyev test karaktera). Testovi su pokazali da su emocionalno stabilne osobe i introvertni tipovi pogodniji za izvođenje mjerenja i za tehnička zanimanja općenito. Emocionalno nestabilni, ekstrovertni i agresivni tipovi su čini se pogodniji za administrativna i rukovodeća zanimanja. U zaključku rezultata eksperimenata Yano-a tvrdi se da točnost mjerenja, koje uključuje vizualnu procjenu, varira s mnogo parametara uključujući iskustvo, praksa, obučenost i karakter čovjeka kao senzora. Fizički poticaji mogu također na ovaj ili onaj način utjecati na mentalni odziv mjeritelja ali posljedice takvih poticaja redovito ne utječu na rezultate mjerenja.

Također objavljeni su rezultati nekoliko eksperimenata koji su pokazali određeni stupanj individualnih razlika u mjerenju duljine dijagonale Vickersovog otiska. Rezultati nekih istraživanja na ovu temu su ovdje sažeto prikazani.

Petik i suradnici [42] su objavili rezultate eksperimenta u kojem je pet mjeritelja iz pet različitih nacionalnih laboratorija provelo usporedna mjerenja u istom laboratoriju, na istim mjernim mikroskopima i unutar kraćeg vremenskog razdoblja. Šesti mjeritelj je bio iz jednog od ovih laboratorija no njegovi rezultati nisu uzeti u obzir. Otisci su bili približne duljine dijagonale od 50, 100 i 150 μm a pripremljeni su na jednom ispitnom uzorku. Svaki mjeritelj je proveo po pet mjerenja istoga dana na tri različita mjerna mikroskopa s različitim povećanjima. Mjerenja su ponavljana slijedeća dva dana. Sistematske pogreške - razlike u očitanjima su prikazane na slici 4.3.



Slika 4.3: Razlike očitavanja uslijed subjektivnosti mjeritelja [42]

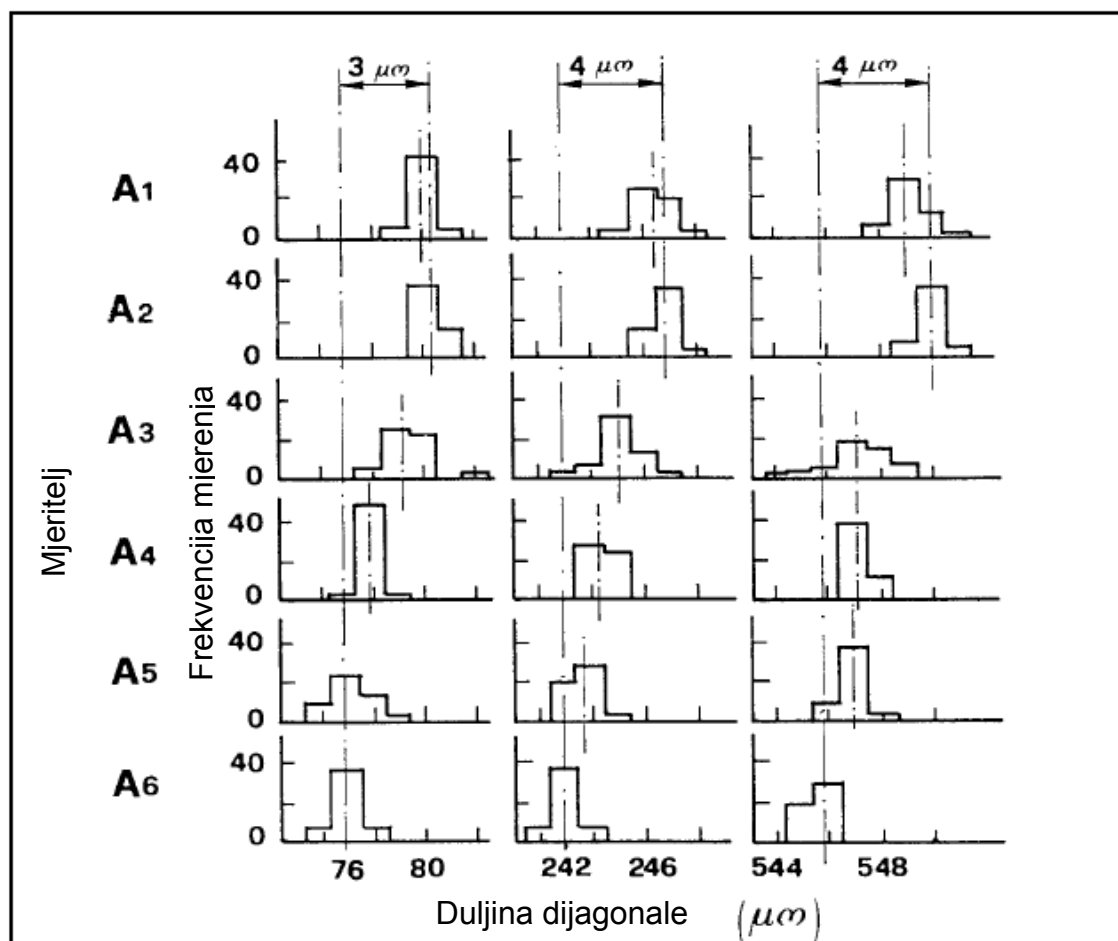
Izomljene linije predstavljaju srednje izmjerene vrijednosti pojedinih mjeritelja označenih s brojevima 1 do 5. Uz samo nekoliko izuzetaka, rezultati su bili u

granicama $\pm 0,4 \%$ (tj. najveća razlika od $0,8 \%$ u izmjerama dva mjeritelja). Ovdje treba napomenuti da su neki mjeritelji, sudionici u eksperimentu, radili kao gosti u tom laboratoriju na opremi na koju nisu navikli pa je u nekim slučajevima dolazilo i do većih odstupanja.

Još jedan eksperiment mjerenja dijagonala u okomitom i vodoravnom smjeru obzirom na vidno polje, koji je opisan u radu [43], je pokazao da neki mjeritelji na stanoviti način preferiraju određeni smjer. Ljudske oči različito funkcioniraju u ovisnosti o tome da li promatraju vodoravni ili okomiti objekt.

Wood i Marriner [44] su organizirali projekt koji je trajao preko dvije i pol godine u cilju ustanovljavanja dugoročnog kretanja individualnih varijacija u subjektivnosti obavljanja mjerenja. Dvije grupe od 10 otisaka (približno između 100 i $250 \mu\text{m}$) su četiri mjeritelja mjerili naizmjenice. Tijekom testiranja su tri mjeritelja održavali svoju razinu očitavanja u granicama $\pm 0,2 \mu\text{m}$ te čišćenje i ponovno podešavanje mikroskopa tijekom eksperimenta nije imalo utjecaja na tu razinu. Četvrti mjeritelj je prvotno bio posve bez iskustva u radu s mikroskopom i postupno je izgrađivao kriterij očitavanja dok se nije približio prosječnoj razini, iako ni pri kraju projekta nije bio tako konzistentan kao iskusniji kolege.

Odstupanje mjerenja različitih mjeritelja istraživali su Hida i Yamamoto [45] a rezultati su prikazani na slici 4.4.



Slika 4.4: Distribucija mjerenja otisaka Vickersove tvrdoće različitih mjeritelja [45]

Istraživanje je provedeno s tri iskusna mjeritelja koji su mjerili isti otisak Vickersove tvrdoće, a kasnije je prošireno i na tri nova mjeritelja koji nemaju iskustva. Individualni mjeritelji pokazali su razlike do $\pm 2 \mu\text{m}$ i razliku veću od $3 \mu\text{m}$ između srednjih vrijednosti 50 mjerenja koje su izvršili različiti mjeritelji. Pogreška za mjeritelje s iskustvom procijenjena je na otprilike $0,6 \mu\text{m}$.

Rezultati ovakvih eksperimenata omogućuju određivanje sustavnih pogrešaka osoba koje imaju stanovite prakse u mjerenju duljine otisaka ili određivanje njihovih dnevnih odstupanja. Također ovi eksperimenti pokazuju da je najslabija točka postupka mjerenja tvrdoće po Vickersu upravo određivanje duljine dijagonale otiska. Iako je višestrukost mjerenja, kao što će se vidjeti u slijedećem poglavlju, često bolja od optičke rezolucije mikroskopa, postavljanje končanice u kutove otiska je podložno relativno velikoj subjektivnosti mjeritelja. Točnost sasvim sigurno nije ograničena samo svojstvima optičkog sustava. Dio nesigurnosti dolazi i od samog mjeritelja. Vrhovi otiska nisu jasno definirani i mjeritelj čini ekstrapolaciju stranica utisnutog lika na psihološkoj osnovi u točki koja samo njemu predstavlja vrh. Ovaj subjektivni proces dovodi do nemogućnosti da se dobiju dvije jednake izmjere za dva mjeritelja.

U novije vrijeme provode se procjene i proračuni mjernih nesigurnosti pojedinih utjecaja koji su predhodno opisani. Tako je u radovima [46], [47], [48], [49] i [50] izvršena kvantifikacija pojedinih utjecaja čiji su rezultati korišteni u ovom radu.

4.3 Postupak izračuna mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće

4.3.1 Općenito

Postupak procjene mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće je složeniji nego kod fizikalnih veličina koje imaju svoje osnovne jedinice u SI – sustavu ili nekih koje su izvedene iz osnovnih. Problem prijenosa vrijednosti tvrdoće etalonskim pločicama od primarnog do referentnog pa do ispitnog tvrdomjera svaki put generira novu nesigurnost uzrokovanu nehomogenošću materijala etalonske pločice. Ako se ovdje još uključi i direktnu metodu umjeravanja te međunarodne usporedbe za primarne etalone, procjena i proračun mjernih nesigurnosti zahtijeva suradnju mjeritelja - eksperata za različite fizikalne veličine.

Stoga ovdje treba razdvojiti pojedine segmente nesigurnosti:

- samo mjerenja tvrdoće,
- umjeravanje primarnih i referentnih etalonskih pločica,
- umjeravanje etalonskog tvrdomjera,
- provjere kod direktnog umjeravanja:
 - sile,
 - optičkog uređaja,
 - vremenskog ciklusa,
 - kuteva na indenteru (pojedina odstupanja).

Postupak za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti je zasnovan na temelju dokumenta EA/4-02 [23] i u sebi sadrži slijedeće korake:

- a) Izražavanje odnosa između mjerene tvrdoće H (izlazna veličina) i ulaznih iznosa X_i (funkcija modela), matematičkim izrazom :

$$H = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (4.1)$$

Treba primijetiti da u slučaju tvrdoće na današnjoj razini razvoja nije poznata matematička veza, koja povezuje ulazne veličine X_i s izlaznom veličinom H . Veza je dana putem definiranja skale, a to su empirijski postupci. Funkcija modela stoga ne daje više nego sam popis čimbenika koji utječu na mjerne rezultate. U praksi je to dovoljno, kako bi se uspostavio postupak zasnovan na EA/4-02 uz uvjet da se posveti posebna pažnja procjeni standardnih nesigurnosti ulaznih veličina i koeficijena osjetljivosti, kao što je to prikazano u nastavku.

- b) Utvrđivanje i primijenjivanje svih značajnih korekcija;

- c) Popisivanje izvora nesigurnosti u obliku analize nesigurnosti prema tablici 4.2.

Tablica 4.2: Prikaz sređenog rasporeda veličina procjena, standardnih nesigurnosti, koeficijena osjetljivosti i doprinosa nesigurnosti koji se primjenjuje u analizi nesigurnosti kod mjerenja tvrdoće [23]

Veličina	Procjena	Standardna nesigurnost	Koeficijent osjetljivosti	Doprinos standardnoj nesigurnosti $u_i(H)$
X_i	x_i	$u(x_i)$	c_i	
X_1	X_1	$u(x_1)$	c_1	$u_1(H)$
...
X_n	X_n	$u(x_n)$	c_n	$u_n(H)$
Tvrdoća	H			$u(H)$

Vrijednosti iz tablice 4.2 su definirane kako slijedi:

X_i - veličine koje utječu na rezultat mjerenja tvrdoće. Nesigurnost se može odrediti na dva odvojena načina: prvi način uključuje fizikalne veličine koje se koriste u definiranju skale (sila, duljina, vrijeme, brzina itd.) i odnose se na direktno umjeravanje. Drugi način koji uključuje sve čimbenike utjecaja je prisutan u praksi i odnosi se na indirektnu metodu umjeravanja. Treba primijetiti da bi se moglo pretpostaviti, kako ovaj drugi način sadrži sve doprinose nesigurnosti, pa bi on sam mogao dati traženu veličinu nesigurnosti, no to nije uvijek točno. Na primjer, moguće je provesti vrlo pažljivo indirektno umjeravanje, koje daje manju nesigurnost, nego što je nesigurnost uzrokovana prihvaćenim tolerancijama za direktno umjeravanje. Zbog toga treba primijeniti oba načina, a kao rezultat se uzima veća vrijednost nesigurnosti, koja se dobiva iz ta dva načina.

x_i - procijenjene vrijednosti veličina X_i .

$u(x_i)$ - standardne nesigurnosti procijenjenih vrijednosti x_i . Za određivanje $u(x_i)$ se može odabrati nekoliko načina. Za dio koji je povezan s nesigurnošću

definicije skale tvrdoće, treba uzeti polja tolerancija prema definiciji u normi EN ISO 6507-3, kao polja varijabilnosti, te procijeniti doprinos nesigurnosti tipa B. Tip B nesigurnosti se primjenjuje u svim slučajevima kada je na raspolaganju samo izjava o suglasnosti. Za dio povezan s direktnom metodom umjeravanja moguće je odrediti $u(x_i)$ pomoću nesigurnosti deklariranih u certifikatima umjeravanja mjernih instrumenata, koji su upotrijebljeni za direktna umjeravanja. Za dio povezan s indirektnom metodom umjeravanja, a to je provedena usporedba uz korištenje etalonskih pločica tvrdoće, treba procijeniti relevantnu nesigurnosti tipa A.

- c_i - je koeficijent osjetljivosti povezan s ulaznom procjenom x_i . Koeficijent osjetljivost c_i pokazuje iznos do kojega se utječe na tvrdoću H variranjem ulaznih procjena x_i . Kao što je prije rečeno, na današnjoj razini razvoja znanosti, nepoznata je matematička veza između x_i i H , pa koeficijente osjetljivosti treba eksperimentalno procjenjivati pomoću promjene tvrdoće H zbog promjene ulazne procjene x_i kako slijedi:

$$c_i \approx \frac{\Delta H}{\Delta x_i} \Big|_{X_1 = x_1, \dots, X_n = x_n} \quad (4.2)$$

Eksperimentalno vrednovanje koeficijenata osjetljivosti često uzima mnogo vremena, pa je obično prikladno koristiti eksperimentalne rezultate navedene u literaturi [4,5 iz EA 10/16], te ih usvojiti za primjere, no, uvijek treba biti oprezan, kada relevantni čimbenici ovise o karakteristikama ispitivanog materijala (vrijeme zastoja i brzina utiskivanja). U takvim slučajevima su nužni određeni eksperimenti na specifičnom materijalu.

- $u_i(H)$ - je doprinos standardnoj nesigurnosti, povezanoj uz tvrdoću H , a rezultat je standardne nesigurnosti $u(x_i)$, povezane s ulaznom procjenom x_i :

$$u_i(H) = c_i \times u(x_i) \quad (4.3)$$

- d) Za nekorelirane ulazne veličine, kvadrat standardne nesigurnosti $u(H)$ povezan je s mjerenom tvrdoćom H prema izrazu:

$$u^2(H) = \sum_{i=1}^n u_i^2(H) \quad (4.4)$$

- e) Izračunavanje za svaku ulaznu veličinu X_i doprinos, $u_i(H)$ nesigurnosti pridružene tvrdoći H , a koja je rezultat procjene ulaza x_i , shodno jednadžbama (4.2) i (4.3), te zbrojene njihove kvadrate, kao što je to pokazano u jednadžbi (4.4), kako bi se dobio kvadrat standardne nesigurnosti $u(H)$ tvrdoće H .
- f) Izračunavanje proširene mjerne nesigurnosti U množeći standardnu nesigurnost $u(H)$ vezanu uz tvrdoću H pomoću faktora pokrivenosti $k=2$:

$$U = k \times u(H) \quad (4.5)$$

Ukoliko je efektivni stupanj slobode v_{eff} u iznimnim slučajevima manji od 15, tada izračunati faktor pokrivenosti k prema EA/4-02, Aneks E [23].

- g) Prikazivanje rezultata mjerenja na slijedeći način: u certifikatima za umjeravanje navesti ukupan rezultat mjerenja, koji sadrži procjene tvrdoće H mjerenog objekta i pridruženu proširenu nesigurnost U i to u obliku $(H \pm U)$. Uz to treba navesti koliki je faktor pokrivanja i nivo pouzdanosti.

4.3.2 Proračun mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera

Procjena i proračun mjerne nesigurnosti su osnova koja je definirana normama te dogovorima između nacionalnih laboratorija. Proračun mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera sastoji se od slijedećih segmenata:

- procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja direktnom metodom i
- procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom.

4.3.2.1 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja direktnom metodom

Nesigurnost umjeravanja direktnom metodom sastoji se od procjene i proračuna:

1. nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja i
2. nesigurnosti umjeravanja sustava za očitavanje.

1. Nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja

Pravilan postupak umjeravanja je primjena poznatih ulaznih veličina koji idu od minimalnih do maksimalnih vrijednosti za koje se treba koristiti mjerni sustav za mjerenje sile. Time se definira operacijski raspon sustava. Prilikom umjeravanja uređaja za mjerenje sile primjenjuje se sekvencijalna varijacija vrijednosti ulazne veličine kroz željeni raspon odnosno mjerno područje. To se postiže povećavanjem (ili snižavanjem) vrijednosti ulazne veličine u određenim koracima. Tako da je bitno odrediti raspon mjernog područja i korak prirasta (pada) ulazne veličine.

Sastavljena mjerna nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja računa se prema slijedećem izrazu:

$$u_F = \sqrt{u_{FRS}^2 + u_{FHTM}^2} \quad (4.6)$$

gdje je:

- u_{FRS} - relativna mjerna nesigurnost prijenosnog etalona sile;
- u_{FHTM} - relativna standardna mjerna nesigurnost izmjerenih sila opterećivanja na tvrdomjeru.

Relativna mjerna nesigurnost prijenosnog etalona sile dobiva se njegovim umjeravanjem u referentnom ili primarnom etalonu sile i navedena je u njegovoj potvrdi o umjeravanju. Ovdje je potrebno još uvrstiti i dodatnu mjernu nesigurnost prijenosnog etalona sile koja je uzrokovana dodatnim utjecajnim veličinama:

- temperatura,
- stabilnost umjerne opreme kroz duži vremenski period,
- vrsta interpolacijske krivulje umjeravanja prijenosnog etalona sile.

Procjena te izračun nesigurnosti uslijed ovih utjecaja ovisi o tipu prijenosnog etalona sile.

Mjerna nesigurnost izmjerenih sila opterećivanja na tvrdomjeru proračunava se na temelju izmjerenih vrijednosti sila. Provode se minimalno tri niza s po tri mjerenja sila. Svaki niz mjerenja mora biti na različitoj poziciji indentora od ispitnog stola etalonskog tvrdomjera. Iz dobivenih mjerenja izračunava se srednja vrijednost sila opterećivanja za svaki niz, a relativno odstupanje za taj niz računa se prema izrazu:

$$\Delta F = \frac{\bar{F} - F_{RS}}{F_{RS}} \quad (4.7)$$

Relativna standardna mjerna nesigurnost izmjerenih sila opterećivanja dobije se na temelju slijedeće jednadžbe:

$$u_{FHTM} = \frac{s_{Fi}}{\bar{F}} \times \frac{1}{\sqrt{n}}, \quad (n = 3) \quad (4.8)$$

gdje je s_{Fi} - standardno odstupanje vrijednosti sila u sva tri niza mjerenja sila i računa se prema izrazu 3.7.

Proširena mjerna nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja računa se prema izrazu:

$$U_F = k \times u_{FHTM} \quad (4.9)$$

gdje je faktor pokrivanja $k=2$.

Maksimalno odstupanje sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera izražava se na slijedeći način:

$$\Delta F_{\max} = |\Delta F_{\text{rel}}| + U_F \quad (4.10)$$

2. Nesigurnost umjeravanja sustava za očitavanje

Umjeravanje se provodi kroz tri niza mjerenje, a svaki mjerni niz sadrži pet mjernih točaka podjednako raspodijeljenih u cijelom mjernom području sustava za očitavanje.

Sastavljena relativna mjerna nesigurnost mjernog sustava za očitavanje izračunava se prema izrazu:

$$u_L = \sqrt{u_{LRS}^2 + u_{ms}^2 + u_{LHTM}^2} \quad (4.11)$$

gdje je:

- u_{LRS} – relativna mjerna nesigurnost objektmikrometra;
- u_{ms} – relativna mjerna nesigurnost uslijed rezolucije mjernog sustava;
- u_{LHTM} – relativna standardna mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera.

Mjerna nesigurnost objektmikrometra dobivena je umjeravanjem istog u referentnom ili primarnom etalonu duljine te je iskazana u potvrdi o umjeravanju. Ovdje je potrebno još uvrstiti i dodatnu mjernu nesigurnost koja je uzrokovana dodatnim utjecajnim veličinama:

- temperatura,
- stabilnost kroz duži vremenski period.

Relativna mjerna nesigurnost uslijed rezolucije mjernog sustava (u_{ms}) izračunava se iz rezolucija uređaja za očitavanje (δ_{ms}) primjenom apriorne pravokutne razdiobe.

Relativna standardna mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera računa se prema jednadžbi:

$$u_{LHTM} = \frac{s_{Li}}{\bar{L}} \times \frac{1}{\sqrt{n}}, (n = 3) \quad (4.12)$$

gdje je s_{Li} - standardno odstupanje vrijednosti duljine za mjerenja na jednoj mjernoj točki.

Relativno odstupanje pokazivanja mjernog sustava za očitavanje se računa prema izrazu:

$$\Delta L_{rel} = \frac{\bar{L} - L_{RS}}{L_{RS}} \quad (4.13)$$

Proširena mjerna nesigurnost sustava za očitavanje računa se prema izrazu:

$$U_L = k \times u_L \quad (4.14)$$

gdje je faktor pokrivanja $k=2$.

Maksimalno odstupanje sustava za očitavanje izražava se kao:

$$\Delta L_{max} = |\Delta L_{rel}| + U_L \quad (4.15)$$

4.3.2.2 Procjena i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom

Izračun sastavljene relativne mjerne nesigurnosti umjeravanja indirektnom metodom provodi se prema slijedećem izrazu:

$$u_{CM} = \sqrt{u_{CRM-P}^2 + u_{xCRM-I}^2 + u_{CRM-D}^2 + u_{ms}^2} \quad (4.16)$$

gdje su:

- $U_{\text{CRM-P}}$ – mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica (uz $k=1$),
- $U_{\text{xCRM-1}}$ – standardna nesigurnost ponovljivosti etalonskog tvrdomjera,
- $U_{\text{xCRM-D}}$ – nesigurnost proizašla iz promjene vrijednosti tvrdoće primarnih etalonskih pločica kroz duže vremensko razdoblje,
- U_{ms} – standardna mjerna nesigurnost proizašla iz rezolucije sustava za očitavanje etalonskog tvrdomjera.

Mjerna nesigurnost primarnih etalonskih pločica dobije se provedbom njihova umjeravanja. U poglavlju 4.3.3 prikazan je matematički model procjene i proračuna mjerne nesigurnosti etalonskih pločica. Promjena vrijednosti tvrdoće etalonske pločice je procijenjena na temelju posljednjih umjeravanja ili na temelju iskustvenih podataka.

Standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti rezultata mjerenja tvrdoće računa se prema izrazu:

$$u_{\text{xCRM-1}} = \frac{t \times s_{\text{xCRM-1}}}{\sqrt{n}} \quad (4.17)$$

gdje je:

- t – varijabla studentove razdiobe ($t=1,14$ za $n=5$);
- $s_{\text{xCRM-1}}$ – standardna devijacija izmjerenih rezultata;
- n – broj mjerenja.

Standardna devijacija izmjerenih rezultata tvrdoće računa se prema izrazu:

$$s_{\text{xCRM-1}} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2} \quad (4.18)$$

Nesigurnost proizašla iz promjene vrijednosti tvrdoće primarnih etalonskih pločica uslijed osjetljivosti dobije se na temelju mjerenja kroz duži vremenski period na istim.

Standardna mjerna nesigurnost proizašla iz rezolucije sustava za očitavanje etalonskog tvrdomjera računa se prema izrazu:

$$u_{\text{ms}} = \frac{2H}{d} \cdot \frac{\delta_{\text{ms}}}{2\sqrt{3}} \quad (4.19)$$

gdje su:

- δ_{ms} - rezolucija uređaja za očitavanje;
- H - vrijednost tvrdoće;
- d - srednja vrijednost dijagonale za dobivenu vrijednost tvrdoće.

Ovdje treba napomenuti da dio izraza (4.19) $2H/d$ predstavlja koeficijent osjetljivosti mjerne nesigurnosti uslijed rezolucije.

Proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskog tvrdomjera računa se prema izrazu:

$$U_{\text{CM}} = k \times u_{\text{CM}} \quad (4.20)$$

gdje je faktor pokrivanja $k=2$.

Da bi se moglo izračunati maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera potrebno je izračunati odstupanje etalonskog tvrdomjera kod umjeravanja etalonskim pločicama prema izrazu:

$$\bar{b} = \bar{H} - H_{CRM} \quad (4.21)$$

Na kraju maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera prikazuje se prema izrazu:

$$\Delta H_{HTM \max} = U_{CM} + |\bar{b}| \quad (4.22)$$

4.3.3 Procjena i proračun nesigurnosti umjeravanja etalonskih pločica

Standardna mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica računa se prema izrazu:

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{CM}^2 + u_{xCRM-2}^2} \quad (4.23)$$

gdje je:

- u_{CM} – sastavljena mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera;
- u_{xCRM-2} – nesigurnost standardnog odstupanja zbog nehomogenosti raspodjele mjerenja tvrdoće po pločici

Standardna mjerna nesigurnost ponovljivosti rezultata mjerenja tvrdoće računa se prema izrazu:

$$u_{xCRM-2} = \frac{t \times s_{xCRM-2}}{\sqrt{n}} \quad (4.24)$$

gdje je:

- s_{xCRM-2} – standardna devijacija izmjerenih rezultata.

Proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica računa se prema izrazu:

$$U_{CRM} = k \times u_{CM} \quad (4.25)$$

gdje je faktor pokrivanja $k=2$, $P=95\%$.

5. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA

5.1 Općenito

Tvrdoća, kao fizikalna veličina, je primjer veličine koja se ne može kvantificirati bez referencijske ljestvice za određenu mjernu metodu tvrdoće, odnosno ona nema jednoznačnu jedinicu koja je neovisna o metodi. Jedan od najvećih problema postizanja mjerne sljedivosti kod metoda za mjerenje tvrdoća je ostvarenje etalonskog uređaja. Poznato je da se etalon definira kao mjera, mjerilo ili mjerni sustav namijenjen definiranju, ostvarenju ili obnavljanju jedinice odnosno jedne ili više poznatih vrijednosti fizikalne veličine radi prenošenja usporedbom tih vrijednosti na druga mjerila. Da bi ostvarile mjernu sljedivost na području mjerenja tvrdoće, mnoge zemlje izrađuju državne etalone te ih provjeravaju prema modelu međulaboratorijske usporedbe. S obzirom na sve veće zahtjeve na razinu točnosti pri mjerenju tvrdoće neophodno je postojanje etalonskog tvrdomjera i u Hrvatskoj.

Sukladno ovomu u Hrvatskoj je pokrenut projekt izrade etalonskog tvrdomjera za tvrdoću po metodi Vickers u mjernom području od HV1 do HV50. Ovo mjerno područje je odabrano iz razloga što se najveći broj laboratorijskih ispitnih tvrdomjera u industriji i znanstvenim institucijama koristi u tom mjernom području. No da bi se osigurala odgovarajuća mjerna sposobnost takvog etalonskog tvrdomjera, potrebno je istražiti utjecajne veličine na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera te ih permanentno svoditi na što je moguće manju mjeru kroz konstrukcijska i mjeriteljska poboljšanja te poboljšanja procjene i proračuna mjernih nesigurnosti njihova mjerenja. U cilju dobivanja što bolje mjerne sposobnosti etalonskog tvrdomjera proveden je čitav niz eksperimentalnih istraživanja, koja su bila tako koncipirana da bi se njihovom analizom mogla potvrditi ili odbaciti hipoteza ovog rada. Također tijekom istraživanja pojavljivali su se novi momenti u procjeni i proračunu mjerne nesigurnosti koji su morali biti na temelju analize ili znanstvene prosudbe obrađeni te kroz postupke umjeravanja i

interkomparacijskih mjerenja potvrđeni. Stoga su u radu razvijeni i primjenjeni neki novi modeli za procjenu i proračun mjernih nesigurnosti pojedinih utjecajnih veličina, pogotovo tamo gdje je procijenjeno da dosadašnji nisu dovoljno dobro opisivali pojedine utjecaje na nesigurnost mjerenja etalonskog tvrdomjera. Isto tako na temelju rezultata istraživanja, iskustvenih i literaturnih podataka provedena su poboljšanja nekih postojećih modela za procjenu pojedinih utjecaja, ali je i dan osvrt na mogućnosti novih poboljšanja koja će biti predmet budućih istraživanja.

5.2 Plan istraživanja

S obzirom na hipotezu rada, koja je dana u uvodu, osnovna ideja je bila razdvajanje sustava za opterećivanje od sustava za očitavanje veličine otiska kako bi svaki sustav zasebno postigao što bolju mjernu sposobnost za svoju mjernu veličinu, a time bi ukupna nesigurnost mjerenja tvrdoće mogla biti manja. Kako bi mogla biti ostvarena ova ideja napravljen je slijedeći plan istraživanja:

1. Istraživanja nesigurnosti sustava za opterećivanje:
 - analiza mogućih konstrukcijskih rješenja sustava za opterećivanje, kako bi se približili graničnoj vrijednosti nesigurnosti postizanja određene sile opterećivanja;
 - umjeravanje sustava za opterećivanje (umjeravanje sila);
 - provedba ispitivanja utjecaja pojedinih faktora na sustav za opterećivanje te procjena i proračun njihovih mjernih nesigurnosti. Primjena novog matematičkih modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti te njegova usporedba s postojećim.
 - analiza kako se promjene sile opterećivanja, uključujući i nesigurnosti istih, odražavaju na vrijednosti mjerenja tvrdoće.
2. Istraživanja nesigurnosti sustava za očitavanje veličine otiska:
 - primjena dva sustava za očitavanje veličine otiska s različitim principima rada te analiza njihova utjecaja na mjerenje duljine dijagonale otiska;
 - umjeravanje ovih sustava;
 - provedba ispitivanja utjecaja pojedinih faktora na sustave za očitavanje te procjena i proračun njegovih mjernih nesigurnosti. Primjena novih matematičkih modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti te njihova usporedba s postojećim.
 - analiza kako se nesigurnosti mjerenja dijagonala otiska odražavaju na vrijednosti mjerenja tvrdoće.
3. Umjeravanje etalonskog tvrdomjera indirektnom metodom (primarnim etalonskim pločicama).
4. Provedba interkomparacijskih mjerenja:
 - verifikacija odnosno validacija postignutih rezultata kroz međulaboratorijska usporedna ispitivanja na međunarodnoj razini.
5. Analiza svih rezultata te donošenje zaključaka o udjelima pojedinih mjernih nesigurnosti, posebno o udjelima mjernih nesigurnosti procijenjenih na temelju znanstvene prosudbe.

Sukladno ovom planu provedena su određena istraživanja zasebno na svakom od sustava etalonskog tvrdomjera za njihove mjerne veličine a onda su provedena istraživanja kako se ti pojedini utjecaji odražavaju na rezultate mjerenja tvrdoće.

5.3 Istraživanja na sustavu opterećivanja

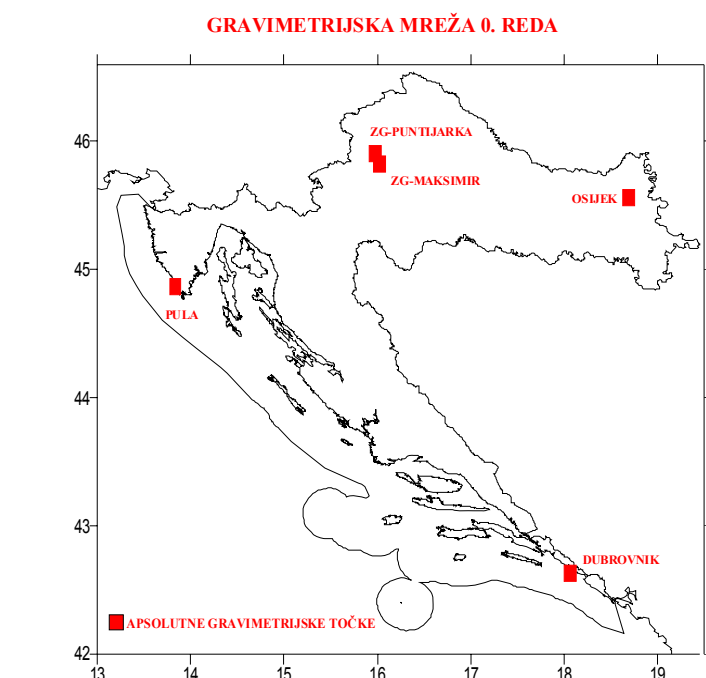
5.3.1 Sustav za opterećivanje

Primjenjeni sustav opterećivanja je izrađen u tvrtki INDENTEC, Velika Britanija, a odgovarajuće opterećenje ostvaruje se utezima preko polužnog sustava. Ovakvi sustavi namijenjeni su za mjerenja sile u najboljim svjetskim institutima te ostvaruju nesigurnost mjerenja sile $\leq 0,01\%$ što u potpunosti zadovoljava zahtjeve na opterećenje kod etalonskih tvrdomjera sukladno normi EN ISO 6507-3. No kako je po definiciji sila $F = m \cdot g$, da bi se postiglo odgovarajuće pojedino opterećenje masom utega, potrebno je bilo provesti gravimetrijska mjerenja (ubrzanje sile teže) na mjestu instalacije etalonskog tvrdomjera i na temelju tih vrijednosti provesti izradu utega odgovarajuće mase.

5.3.2 Gravimetrijska mjerenja

U svrhu određivanja vrijednosti ubrzanja sile teže na mjestu instalacije sustava za opterećivanje (Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Laboratorij za ispitivanje mehaničkih svojstava) provedena su relativna gravimetrijska mjerenja. Gravimetrijska, kao i nivelmanska mjerenja provedena su u suradnji s djelatnicima Geodetskog fakulteta, Sveučilišta u Zagrebu.

Gravimetrijska mreža 0. reda Republike Hrvatske se sastoji od 5 točaka, a to su: Zagreb-Puntijarka, Zagreb-Maksimir, Pula, Osijek i Dubrovnik (slika 5.1).

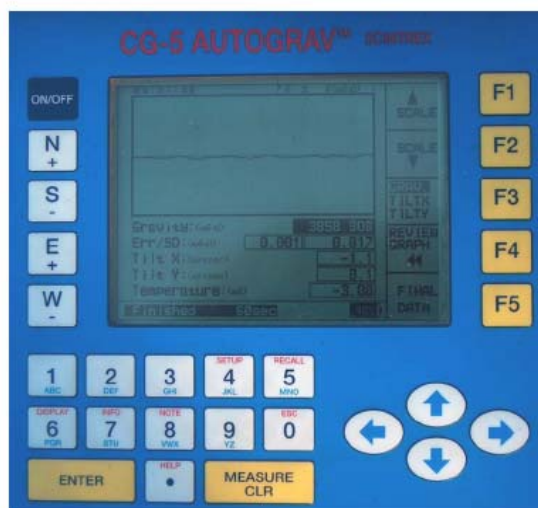


Slika 5.1: Gravimetrijska mreža 0. reda Republike Hrvatske

Za provedbu gravimetrijskih mjerenja primjenjen je relativni gravimetar CG-3M AutoGrav kanadske tvrtke Scintrex, koji je trenutno jedan od najsuvremenijih relativnih gravimetra (slika 5.2). To je kvarcni, mikroprocesorski kontroliran i visoko automatiziran instrument. Radni domet gravimetra je preko 7000 mGal-a ($1 \text{ mGal} = 10^{-5} \text{ ms}^{-2}$), što obuhvaća područje cijele Zemlje, bez potrebe za resetiranjem, a standardna rezolucija gravimetra je $1 \text{ } \mu\text{Gal}$ -a ($1 \text{ } \mu\text{Gal} = 10^{-8} \text{ ms}^{-2}$). Mjerenje gravimetrom Scintrex CG-5 se obavlja automatski te se na taj način eliminira pogreška procjene mjeritelja, a podaci mjerenja se pohranjuju u memoriju gravimetra.



a)



b)

Slika 5.2: Relativni gravimetar Scintrex CG-5

a) prikaz cijelog uređaja

b) prikaz ekrana CG-5 gravimetra

Visoka točnost CG-5 Autograv automatskog gravimetra rezultat je automatizacije mjernog procesa, visokokvalitetne izrade, malog hoda gravimetra te preciznog podešavanja. Senzor CG-5 gravimetra je zasnovan na kvarcnom elastičnom sustavu. Sila koja se javlja zbog ubrzanja sile teže na mjernoj masi je balansirana oprugom i relativno malom elektrostatskom silom. Gravimetar CG-5 konstantno obnavlja podatke s internog senzora nagiba. Na osnovi tih mjerenja CG-5 automatski kompenzira mjerenja zbog pogreške nagiba gravimetrijskog senzora. Na osnovi geografskog položaja i vremenske zone CG-5 automatski računa korekciju zbog utjecaja zemljinih plimnih valova u realnom vremenu i to za svako očitavanje. Senzor CG-5 Autograv-a se nalazi u temperaturno stabiliziranoj vakumskoj posudi koja je zaštićena od varijacija tlaka zraka. Senzor je nemagnetičan i nije osjetljiv na varijacije zemljinog magnetskog polja. Gravimetar na ekranu prikazuje i sprema u memoriju slijedeće podatke: korigirano mjerenje, standardno odstupanje, nagib oko x-osi, nagib oko y-osi, vrijednost temperaturnog senzora, korekciju za Zemljine plimne valove, trajanje mjerenja, vrijeme početka mjerenja te osnovne informacije o postavu parametara mjerenja.

Pored navedene opreme, dodatni pribor su činili ručni GPS uređaj Garmin eTrex, mjerna vrpca, četka za čišćenje gravimetrijskih točaka te ručni instrument za mjerenje tlaka i temperature zraka "Field Syscom" tvrtke Empex. Zbog potrebe preciznog

određivanja visine lokacije u prostoru, gdje je instaliran sustav opterećivanja, obavljena su nivelmanska mjerenja preciznim nivelirom Leica NA3000 s dva najbliža repera u okolici navedene lokacije. Niveliranjem je dobivena visina **114,267 m ± 0,0133 m**, koja je kasnije korištena pri obveznim redukcijama gravimetrijskih mjerenja.

Polazna točka gravimetrijskih mjerenja bila je apsolutna gravimetrijska točka AGT03 na Sljemenu (slika 5.3). Ova točka, pored preostalih apsolutnih točaka koje čine gravimetrijsku mrežu 0. reda Republike Hrvatske, definira gravimetrijski datum Republike Hrvatske. Stoga, veza na ovu točku osigurava pouzdano određivanje gravimetrijskog podatka na lokaciji laboratorija.



Slika 5.3: Apsolutna točka AGT03 – Puntjarka (Sljeme)

U svrhu eliminiranja hoda gravimetra, korištena je metoda profila sa zaposjedanjem apolutne točke kao početne. Terenska mjerenja su obrađena za korekcije pola Zemlje, visinu instrumenta i atmosferski tlak. Dobivene gravimetrijske razlike predstavljaju ulazne vrijednosti za provedeno jednodimenzionalno izjednačenje. Na slici 5.4 je prikazano mjesto na kojem su određena gravimetrijska i nivelmanska mjerenja u laboratoriju.

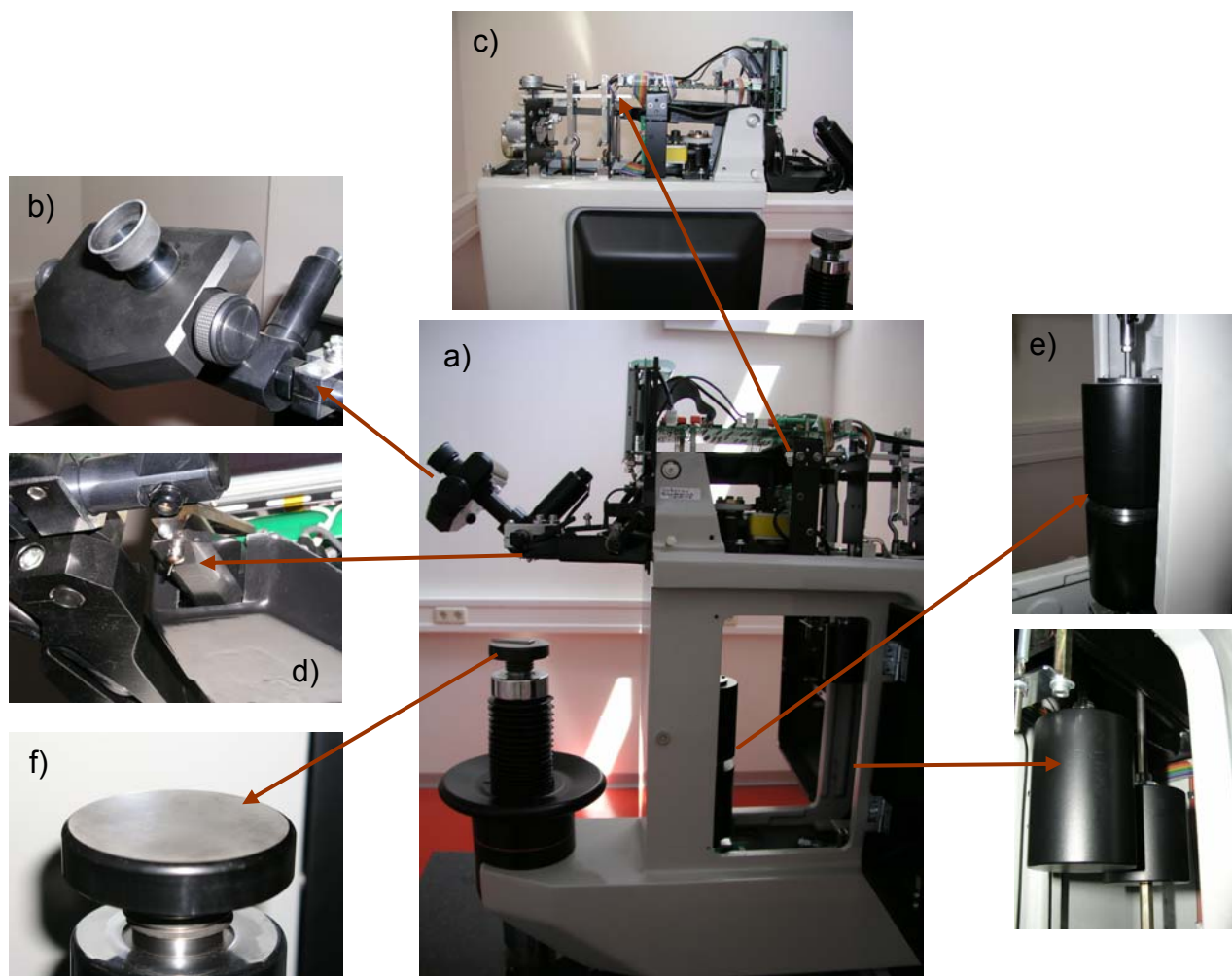


Slika 5.4: Točka gravimetrijskih i nivelmanskih mjerenja u LIMS-u

Obradom i izjednačenjem dobivena je vrijednost ubrzanja sile teže od $\mathbf{g} = 9,80663337 \text{ ms}^{-2} \pm 1,82 \cdot 10^{-8} \text{ ms}^{-2}$ gdje je nesigurnost mjerenja izražena preko standardne devijacije. Kako u datom trenutku nije bilo moguće procijeniti još neke utjecajne veličine na gravimetrijska mjerenja, na temelju iskustvenih podataka zaključeno je da ovaj rezultat sasvim zadovoljava zahtijevanu razinu nesigurnosti mjerenja. Ova vrijednost ubrzanja sile teže korištena je za proračun mase utega preko kojih se ostvaruje određeno vrijednost opterećenje za sustav opterećivanja.

5.3.3 Ispitivanja sustava za opterećivanje

U radu je upotrijebljen sustav za opterećivanje 5030TKV koji je izrađen u tvrtki INENTEC u Velikoj Britaniji. Na slici 5.5 je prikazan cijeli sustav s glavnim komponentama.



Slika 5.5: Osnovni dijelovi sustava za opterećivanje etalonskog tvrdomjera

- a) nosiva konstrukcija,
- b) sustav za očitavanje veličine otiska,
- c) polužni prijenos sile opterećivanja,
- d) indenter,
- e) utezi,
- f) ispitni stol,

U normi EN ISO 6507-3 propisani je zahtjev da odstupanje sile opterećivanja mora biti u granicama od $\pm 0,1$ %. S obzirom da polužni sustavi mogu postići sposobnosti $\leq 0,01$ % za očekivati je da će primjenjeni sustav opterećivanja zadovoljiti zahtijev sukladno normi.

5.3.3.1 Provjera ispitnih sila

Prema normi DIN EN ISO 6507-3 svaka sila opterećivanja za svako opterećenje na etalonskom tvrdomjeru mora biti provjerena. S obzirom da se predviđeni sustav koristi slijedeće sile opterećivanja: 9,807; 29,42; 49,03; 98,07; 196,1; 294,2; 490,3 N (1; 3; 5; 10; 20; 30 i 50 kg sukladno britanskom sustavu mjernih jedinica) potrebno je provjeriti sile za svako opterećenje. Uređaji za provjeru sila moraju biti najmanje klase 0,5 sukladno normi DIN EN ISO 376. Dozvoljeno odstupanje sila odnosno opterećenja smije iznositi najviše 0,1 %.

Provjera sila provedena je u dva ciklusa. Prva provjera je provedena od strane tvrtke Indentec – Velika Britanija pri izradi sustava za opterećivanje. Ta provjera je imala za cilj utvrditi ispravnost proračuna za masu utega na temelju izmjerenog ubrzanja sile teže. Drugi ciklus ispitivanja je proveden u LIMS-u, na mjestu instalacije etalonskog tvrdomjera, s ciljem utvrđivanja stvarnih vrijednosti sila opterećivanja s kojima se provodi ispitivanje tvrdoće.

Preliminarna ispitivanja sila su provdena u laboratoriju tvrtke INDENTEC s prijenosnim etalonima sile klase 00. Tvrtka INDENTEC ima laboratorij za umjeravanje sile s najboljom mjernom sposobnošću od 0,12 % što dokazuje akreditacijom UKAS-CALIBRATION 0232. Rezultati ispitivanja dani su u tablici 5.1. Ovdje treba naglasiti da je jedinica za silu u kgf iz razloga što je umjeravanje provedeno prema normi BS EN ISO 6507-2. Proširena mjerna nesigurnost je proračunata na temelju izraza za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja (poglavlje 4.3.2.1). Maksimalno odstupanje sila prema izrazu 4.15 ne prelazi granicu od 0,1 % no, ovo je bila samo provjera proračuna mase utega odnosno provjera sila ostvarenih utezima preko poluga bez dodatnih komponenti koje utječu na konačni iznos sila opterećivanja. Proširena mjerna nesigurnost provjere je bila veća od 0,12 % a uzrok tome je nesigurnost prijenosnog etalona sile kojim je provedeno umjeravanje.

Tablica 5.1: Preliminarna mjerenja sila opterećivanja u tvrtki INDENTEC

Nazivno opterećenje F , kgf	Prvo mjerenje X_1 , mV/V	Drugo mjerenje X_2 , mV/V	Treće mjerenje X_3 , mV/V	Srednja vrijednost, X_{SR} , mV/V	Sile F , kgf ¹⁾			Odstupanje q , %			Ponovljivost b , %	Proširena mjerna nesigurnost, U_F , %
					F_{max}	F_{min}	F_{sr}	q_{max}	q_{min}	q_{sr}		
50	0,00000	0,00000	0,00000	2,89279	50,023	49,999	50,015	0,05	0,00	0,03	0,05	0,12
	2,89324	2,89325	2,89188									
	0,00012	0,00010	0,00011									
30	0,00000	0,00000	0,00000	1,73529	30,007	29,992	30,002	0,02	-0,03	-0,01	0,05	0,12
	1,73549	1,73562	1,73475									
	0,00005	0,00004	0,00005									
20	0,00000	0,00000	0,00000	1,15622	19,993	19,985	19,989	-0,03	-0,08	-0,05	0,04	0,12
	1,15627	1,15644	1,15594									
	0,00002	0,00002	0,00002									
10	0,00000	0,00000	0,00000	0,57827	9,998	9,996	9,997	-0,02	-0,04	-0,03	0,02	0,12
	0,57830	0,57832	0,57820									
	0,00001	0,00002	0,00001									
5	0,00000	0,00000	0,00000	0,28921	5,000	4,999	5,000	0,01	-0,01	0,00	0,02	0,12
	0,28918	0,28923	0,28921									
	0,00002	0,00002	0,00002									
3	0,00000	0,00000	0,00000	0,17351	3,000	3,000	3,000	0,01	-0,02	-0,00	0,02	0,12
	0,17349	0,17351	0,17353									
	0,00001	0,00001	0,00002									
1	0,00000	0,00000	0,00000	0,05780	1,000	0,999	1,000	-0,02	-0,05	-0,04	0,03	0,14
	0,05780	0,05779	0,05781									
	0,00001	0,00001	0,00001									

¹⁾ S obzirom da su mjerenja provedena u Velikoj Britaniji, u rezultatima je jedinica za silu u kgf koja je preuzeta iz britanske norme BS 6507-1.

Ponovno ispitivanje sila opterećivanja provedeno je na mjestu instalacije sustava za opterećivanje u LIMS-u i to kada su na sustav opterećivanja postavljene dodatne komponente kao što su indenter, ispitni stol i ostali dijelovi konstrukcije. Svakako da ove dodatne komponente mogu utjecati na vrijednost sila opterećivanja. Ispitivanje je provedeno s prijenosnim etalonima sile Laboratorija za ispitivanje mehaničkih svojstava koji su klase 00 sukladno normi DIN EN ISO 376. Mjeriteljski i okolišni uvjeti za vrijeme provjere sila opterećivanja u LIMS-u dani su u tablici 5.2.

Tablica 5.2: Mjeriteljski i okolišni uvjeti pri provjeri sila opterećivanja u LIMS-u

Okolišni uvjeti:				
Temperatura		Tlak		Vlažnost
22 °C ± 0,5 °C		1035 hPa		45 % rel.
Mjerno pojačalo		Prijenosni etaloni sile		
Mjerno područje:	0,00000 – 2,00000 mV/V	Dinamometar Z30	Mjerno područje:	10 – 100 N
			Nul signal:	-0,00124 mV/V
Najbolja mjerna sposobnost:	≤ 0,12 %		Priključak:	6 - žilni
			Mjerna nesigurnost:	≤ 0,12 %
Očitavač:	AB12	Dinamometar U1	Mjerno područje:	50 – 500 N
Rezolucija:	0,00001 mV/V		Nul signal:	0,00187
Noseća frekvencija :	225 Hz		Priključak:	6 - žilni
			Mjerna nesigurnost:	≤ 0,12 %

Ovdje je svakako potrebno napomenuti da je mjerna sposobnost LIMS-a jednaka mjernoj sposobnosti laboratorija INDENTECA i iznosi ≤ 0,12 % a potvrđena je akreditacijom DKD-K-35602. Rezultati ispitivanja su prikazani u tablici 5.3 a mjerna nesigurnost rezultata mjerenja je izračunata sukladno izrazima u poglavlju 4.3.2.1.

Tablica 5.3: Ispitivanja sila opterećivanja u LIMS-u nakon instalacije sustava

Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Prvo mjerenje X_1 , mV/V	Drugo mjerenje X_2 , mV/V	Treće mjerenje X_3 , mV/V	Sile X_i , N			Odstupanje q_i , %			Ponovljivost b_i , %	Nesigurnosti			Proširena mj. nesig. U_{F_i} , %
					X_{max}	X_{min}	X_{sr}	q_{max}	q_{min}	q_{sr}		$u(b)$, %	$u(din)$, %	u_c , %	
9,807	0,19621	0,00000 0,19602 0,00004	0,00000 0,19599 0,00006	0,00000 0,19604 0,00001	0,19604	0,19599	0,196017	-0,087	-0,112	-0,098	0,026	0,00741	0,06	0,0605	0,121
29,42	0,58861	0,00000 0,58873 0,00001	0,00000 0,58882 0,00005	0,00000 0,58882 0,00003	0,58882	0,58873	0,58879	0,036	0,021	0,031	0,015	0,00510	0,06	0,0602	0,120
49,03	0,98094	0,00000 0,98139 0,00004	0,00000 0,98116 0,00005	0,00000 0,98221 0,00002	0,98221	0,98116	0,981587	0,129	0,022	0,066	0,107	0,03246	0,06	0,0682	0,136
98,07	1,96199	0,00000 1,96305 0,00004	0,00000 1,96320 0,00002	0,00000 1,96302 0,00002	1,96320	1,96302	1,96309	0,062	0,052	0,056	0,009	0,00284	0,06	0,0601	0,120
196,1	0,79988	0,00000 0,79962 0,00005	0,00000 0,79954 0,00001	0,00000 0,79943 0,00002	0,79962	0,79943	0,79953	-0,032	-0,056	-0,043	0,024	0,00689	0,06	0,0604	0,121
294,2	1,20000	0,00000 1,20058 0,00004	0,00000 1,20069 0,00003	0,00000 1,20082 -0,00002	1,20082	1,20058	1,200697	0,068	0,048	0,058	0,020	0,00578	0,06	0,0603	0,121
490,3	2,00005	0,00000 2,00062 0,00001	0,00000 2,00064 0,00003	0,00000 2,00078 0,00002	2,00078	2,00062	2,00068	0,037	0,029	0,032	0,008	0,00252	0,06	0,0601	0,120

Ako se usporede tablice 5.1 i 5.3 i to kolone za srednje odstupanje i proširenu mjernu nesigurnost može se utvrditi da je došlo do određenih promjena u vrijednostima sila opterećivanja. Odstupanja su znatno manja prilikom preliminarnih mjerenja u INDENTEC-u što se može opravdati činjenicom da prilikom tih mjerenja nije bilo dodatnih komponenti na sustavu za opterećivanje nego su samo provjeravane mase utega odnosno da li one preko sustava poluga postižu željenu vrijednost opterećenja. Time je i dokazana kvaliteta provedenih gravimetrijskih mjerenja u LIMS-u te proračun mase utega. Iz rezultata ispitivanja sila opterećivanja u LIMS-u, na mjestu instalacije sustava za opterećivanje, vidljivo je da se srednja vrijednost odstupanja nalazi ispod 0,1 % na svim točkama opterećenja. Kod opterećenja HV1 (9,807 N) je zamijećeno da minimalna vrijednost odstupanja pada ispod -0,1 % ali ovdje uzrok tomu može biti i primjenjeni dinamometar nazivne sile 100 N. Njegova donja granica mjernog područja je 10 N tako da postoji mogućnost da su ova odstupanja proizašla iz njegove nesigurnosti na toj mjernoj točki.

Ako se usporede vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti, vidljivo je da ona iznosi oko 0,12 %. Usporedbom standardne nesigurnosti mjerenja sila opterećivanja i standardne nesigurnosti umjeravanja dinamometra odmah upada u oči da je glavnina proširene nesigurnosti proizašla iz nesigurnosti umjeravanja prijenosnog etalona sile. Ovakav međusobni omjer ovih dviju standardnih nesigurnosti ukazuje da u proračunu nesigurnosti nije dobro izvršena procjena ili da postoji još dovoljno prostora za poboljšanje. Iz ovakvog razmišljanja proizlazi čitav niz pitanja a kojima je zajedničko: da li je te mjerne nesigurnosti moguće smanjiti?

Sagledavanjem komponenti utjecaja pojedinih faktora u predhodnom ispitivanju uočene su pojedine nekorektnosti te je ispitivanja prošireno. Proširenje ispitivanja sila temeljilo su se na slijedećim postavkama:

1. Da li je dovoljno samo jedan niz mjerenja sile (tri mjerenja) na jednom opterećenju? Ovdje se posebno to mora naglasiti iz razloga što indentor klizi određenom brzinom prema ispitnoj površini i za različite ispitne uzorke on nije uvijek na istoj poziciji (ispitni stol se pomiče ovisno o visini ispitnog uzorka).
2. Zbog prevelikog udjela nesigurnosti umjeravanja prijenosnog etalona sile u proširenoj nesigurnosti ispitivanja sila opterećivanja potrebno je taj udio smanjiti.
3. S obzirom da se ispitivanje sile provodi ostvarivanjem kontakta između indentora i deformacijskog tijela dinamometra, da li je to ispitivanje sile ekvivalentno silama koje se ostvaruju kontaktom indentora i ispitne površine uzorka (etalonske pločice). Pretpostavka je da se u ovom drugom slučaju pojavljuju određeni momenti koji dovode do klizanja između površina ispitnog stola i nalijegajuće površine etalonske pločice i jako ovise o kvaliteti izrade ovih površina. Da li te pojave utječu na iznos aksijalne sile opterećivanja?
4. Koliko procjena i proračun mjerne nesigurnosti ispitivanja sila opterećivanja, opisana u poglavlju 4.3.2.1, obuhvaća sve utjecaje proizašle iz predhodna tri pitanja?

Tragom ovih pitanja, osmišljena su i provedena određena istraživanja čiji osnovni cilj je bio smanjiti mjernu nesigurnost ispitivanja sila na sustavu opterećivanja. Na temelju toga su proizašli određeni modeli ispitivanja sila te procjene i proračuna mjernih nesigurnosti. Smjernice za daljnja istraživanja su bile slijedeće:

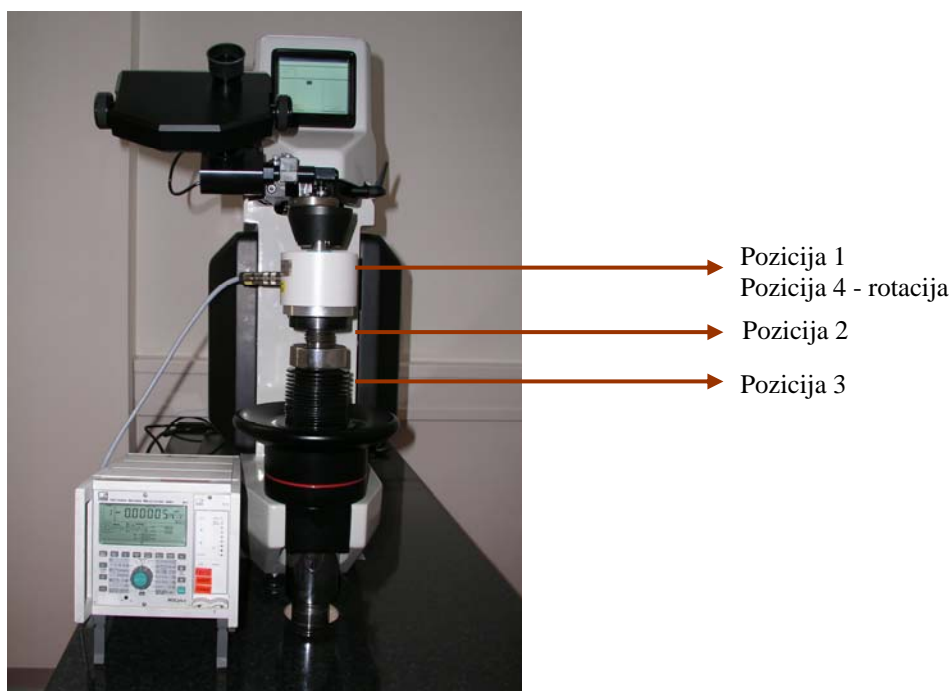
- promjena modela provjere sila opterećivanja;
- primjena posredničkih etalona sile pri provjeri sila opterećivanja;
- primjena novog modela procjene i proračuna mjernih nesigurnosti sila opterećivanja.

5.3.3.1.1 Novi model utvrđivanja sila opterećivanja

Prvi korak je bio primjena novog modela ispitivanja sila koji se sastojao od uvođenja provjere sila na četiri različite pozicije ispitnog stola etalonskog tvrdomjera. Razlog primjene ovakvog modela leži u tome što ispitni uzorak nije uvijek iste visine te se stoga ispitni stolić mora pomicati na različite pozicije. Iako polužni sustav čini isti hod pri opterećivanju, na silu opterećivanja može utjecati i ispitni stolić svojim nagibom, malim pomacima ili neravninama, što može dovesti do pojave smanjenja aksijalne sile opterećivanja odnosno pojave drugih komponenti sila. Stoga je provjera sila opterećivanja provedena na slijedećim razinama ispitnog stola:

- pozicija 1 – najviša razina ispitnog stola;
- pozicija 2 – srednja razina;
- pozicija 3 – najniža razina;
- pozicija 4 – pozicija 1 ispitnog stola ali pri svakom mjerenju sile izvršena je rotacija dinamometra;

Raspored mjernih pozicija prikazan je na slici 5.6. U odnosu na predhodna istraživanja povećan je broj mjerenja s tri na pet.



Slika 5.6: Raspored pozicija za mjerenja sila opterećivanja na sustavu za opterećivanje 5030TKV

S obzirom na uočene razlike standardnih nesigurnosti te veliki udio nesigurnosti prijenosnog etalona sile kod predhodnih istraživanja sila opterećivanja, u nastavku istraživanja primjenjen je tip posredničkih etalona sile. To znači da je provedeno umjeravanje prijenosnih etalona kao posredničkih etalona u primarnim etalonima sile u PTB-u Njemačka, čija najbolja mjerna sposobnost je $U \leq 0,002 \%$ uz $k=2$. Ovime je znatno smanjena mjerna nesigurnost umjeravanja etalona sile te je na svakoj mjernoj točki sile uzeta vrijednost mjerne nesigurnosti dobivena za tu točku. Te vrijednosti su znatno manje i kao takve će biti direktno uvrštene u proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja referentnog etalona tvrdoće.

Slijedeći problem, koji je ovdje uočen, odnosi se na proračun i procjenu mjerne nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja koji se trenutno nalazi u normi (opisan u poglavlju 4.3.2.1) te se kao takav primjenjuje u određivanju nesigurnosti sila opterećivanja nacionalnih etalona tvrdoće. Iz iskustvenih spoznaja, koje su proizašle iz usporedbi rada [51] i dokumenta EA/LC(04)36 [52], ovaj model ne obuhvaća dovoljno dobro sve utjecajne faktore. Stoga je ovdje izrađen jedan novi model koji uzima u obzir više utjecajnih faktora te njihovu procjenu utjecaja. Ovaj model s obzirom na sve sastavne elemente procesa umjeravanja uzima u procjenu i proračun slijedeće dvije osnovne grupe nesigurnosti:

- a) nesigurnosti vezane za prijenosni etalon sile i
- b) nesigurnosti mehanizma opterećivanja etalonskog tvrdomjera.

Da bi se uopće mogao provesti proračun mjerne nesigurnosti umjeravanja mehanizma opterećivanja, potrebno je postaviti matematički model funkcijskog odnosa između ulaznih i izlaznih veličina. Postavkom da je ulazna veličina sila prijenosnog etalona (F_{RS}), koja je dobivena iz njegove krivulje umjeravanja, onda je izlazna veličina vrijednost opterećenja dobivena na etalonskom tvrdomjeru. No te dvije vrijednosti neće nikada biti jednake zbog raznih utjecaja okoline i opreme, gdje se njihov ukupni doprinos može prikazati kao produkt pojedinačnih utjecaja (c_i). Prema tome matematički model funkcije za razmatranje je slijedeći [53]:

$$F_H = F_{RS} \prod_{i=1}^n c_i \quad (5.1)$$

Uz pretpostavku da je $c_i = 1 - \Delta_i$ tada se jednačba (5.1) može pisati kao:

$$F_H = F_{RS} \prod_{i=1}^n (1 - \Delta_i) \quad (5.2)$$

gdje je Δ_i – relativna devijacija umjeravane sile prouzrokovane utjecajnim veličinama.

a) Mjerna nesigurnost prijenosnog etalona

Procjena mjerne nesigurnosti prijenosnog etalona dobije se na temelju procjene mjerne nesigurnosti njegovog umjeravanja (krivulje umjeravanja), te procjena mjerne nesigurnosti uslijed djelovanja utjecajnih veličina pri umjeravanju. Isto tako u određenim mjernim točkama izražena je proširena nesigurnost koja je prenosiva sastavnica pri slijedećem koraku proračuna mjerne nesigurnosti (u ovom slučaju

umjeravanje mehanizma opterećivanja kod etalonskog tvrdomjera). No postoje i dodatne nesigurnosti koje utječu na prijenosni etalon, a one nastaju kada se obavlja umjeravanje ispitne opreme tamo gdje se ona nalazi. Te utjecajne veličine treba uzeti u obzir i uvrstiti ih u proračun mjernih nesigurnosti.

Ovdje su obrađene slijedeće utjecajne veličine koje mogu doprinijeti dodatnoj nesigurnosti kod umjeravanja sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera:

- temperatura okoline;
- nestabilnost osjetljivosti etalona sile uslijed temperaturne promjene;
- utjecaj aproksimacije krivulje umjeravanja;
- ekscentričnost prilikom postavljanja dinamometra.

Utjecaj temperaturne promjene

Prijenosni etaloni sile se obično umjeravaju na laboratorijskoj temperaturi (na primjer: $22^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$). Temperaturne promjene prema EN ISO 376 mogu varirati od 18°C do 25°C . Doprinos nesigurnosti uslijed temperaturne promjene bit će procijenjen na temelju pravokutne razdiobe (nesigurnost B-vrste), a relativna standardna nesigurnost biti će razmatrana kao slijedeća:

$$u_t = \frac{\alpha \times a_t}{\sqrt{3}} \quad (5.3)$$

gdje je α - temperaturni koeficijent koji utječe na promjenu osjetljivosti dinamometra prema tvorničkim specifikacijama, dok je a_t odstupanje od referentne temperature.

Utjecaj duge temperaturne nestabilnosti na osjetljivost

Ovaj utjecaj može biti procijenjen na temelju tvorničkih specifikacija ili s promatranjem promjene otklona uslijed temperaturne promjene. Relativna standardna nesigurnost može biti procijenjena s pravokutnom distribucijom od relativne varijacije osjetljivosti (s) kao slijedeća:

$$u_s = \frac{a_s}{\sqrt{3}} \quad (5.4)$$

Ovdje je a_s - pola širine od procijenjene varijacije relativne osjetljivosti (otklona) dinamometra, koja je dobivena iz tvorničkih specifikacija.

Utjecaj aproksimacije

Iz rezultata umjeravanja prijenosnog etalona dobivena je krivulja umjeravanja, koja je opisana polinomom trećeg stupnja. Procjena i proračun utjecaja aproksimacije polinomom trećeg stupnja je već uračunata u nesigurnost umjeravanja prijenosnog etalona sile stoga je ne treba ponovno uvrštavati. No, ako se koristi neka druga

aproksimacija onda se mora uvrstiti i dodatna nesigurnost zbog nje. Tada se procjena provodi prema izrazu što slijedi:

$$u_d = a_d \quad (5.5)$$

gdje je a_d relativna devijacija kod određenog primijenjenog koraka sile dobivena iz razlike između vrijednosti polinoma i jednadžbe aproksimacije.

Utjecaj ekscentričnosti

Pojava ekscentričnosti može kod mjerenja tvrdoće imati vrlo veliku ulogu. Kada se razmatra cijeli sustav, koji je u kontaktu prilikom umjeravanja sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera, onda se mogu zamijetiti slijedeće komponente koje uzrokuju nesigurnost uslijed ekscentričnosti:

- ravnoća ispitnog stola te okomitost njegove površine s obzirom na aksijalnu liniju opterećivanja;
- odstupanje dinamometra od aksijalne linije opterećivanja;
- aksijalnost držača dijamantne piramide;
- odstupanje simentrane vrha indentora od simetrane njegova nosača.

Kako ni u literaturi a ni u istraživačkim radovima nije pronađena adekvatna procjena mjernih nesigurnosti uslijed ekscentričnosti sustava, ovaj utjecaj je procijenjen pravokutnom distribucijom na temelju tvorničkih specifikacija za dinamometar i rezultata ispitivanja indentora, te se njegova standardna nesigurnost računa na slijedeći način:

$$u_e = \frac{a_e}{\sqrt{3}} \quad (5.6)$$

gdje je a_e suma svih odstupanja prethodno navedenih.

Iz ovog se može izraziti sastavljena standardna nesigurnost uslijed ovih dodatnih utjecajnih veličina na prijenosni etalon sile i ona se računa prema sljedećem izrazu:

$$u_{dod} = \sqrt{u_t^2 + u_s^2 + u_d^2 + u_e^2} \quad (5.7)$$

b) Mjerna nesigurnost mehanizma opterećivanja etalonskog tvrdomjera

U skladu s parametrima za klasificiranje mehanizma opterećivanja kod aksijalnih mjerila sile, opisanim u normi DIN EN ISO 7500-1 [54], srednja relativna devijacija sila opterećivanja kod etalonskog tvrdomjera može biti određena jednadžbom [53]:

$$q = \frac{F_i - \overline{F}_{RS}}{\overline{F}_{RS}} \quad (5.8)$$

gdje je:

q - relativna devijacija pokazane sile
 F_i – stvarna sila definirana metodom
 \bar{F}_{RS} - srednja aritmetička vrijednost sile, pokazana s prijenosnim etalomom.

Jednadžba (5.8) dobivena s jednadžbom (5.2) daje matematički model funkcije za određivanje nesigurnosti kao što slijedi:

$$q_c = \frac{F_i - \bar{F}_{RS} \times \prod_{i=1}^n (1 - \Delta_i)}{\bar{F}_{RS} \times \prod_{i=1}^n (1 - \Delta_i)} \quad (5.9)$$

Standardna nesigurnost relativne devijacije q_c je dobivena prema jednadžbi:

$$u(q_c) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial q_c}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)} \quad (5.10)$$

gdje su x_i unosi procjena za vrijednosti od unosa veličina jednadžbe (5.9), a $u^2(x_i)$ procijenjene varijancije tih unosa. Standardna nesigurnost relativne devijacije q_c je onda ostvarena s jednadžbama (5.9) i (5.10) kao što slijedi:

$$u(q_c) = \sqrt{\left(\frac{F_i}{\bar{F}_{RS} \prod_{i=1}^n (1 - \Delta_i)} \right)^2 \left[u^2(F_i) + u^2(\bar{F}_{RS}) + \sum_{i=1}^n \frac{u^2(\Delta_i)}{(1 - \Delta_i)^2} \right]} \quad (5.11)$$

Nesigurnosti sile F_i se može zanemariti iz razloga što je ona definirana kao takva samim podešavanjem mase utega na temelju vrijednosti ubrzanja sile teže. Nesigurnost sile \bar{F}_{RS} odrediti će se na sljedeći način:

$$u^2(\bar{F}_{RS}) = u^2(b) + u^2(F_{RS}) \quad (5.12)$$

Standardna nesigurnost srednje vrijednosti pokazivanja prijenosnog etalona je grafički zbroj standardne nesigurnosti rasipanja vrijednosti uslijed ponavljanja $u(b)$ i nesigurnosti prijenosnog etalona procijenjene prilikom njegovog umjeravanja. Standardna nesigurnost rasipanja ponovljenih opažanja $u(b)$ određuje se kao standardna nesigurnost A-vrste pomoću eksperimentalnog standardnog odstupanja srednje vrijednosti.

Pretpostavka da je $F_i \approx \bar{F}_{RS}$, $\Delta_i \ll 1$ te uvođenjem jednadžbe (5.12) u (5.11) dobije se sljedeći izraz:

$$u(q_c) = \sqrt{u^2(b) + u^2(F_{RS}) + \sum_{i=1}^n u^2(\Delta_i)} \quad (5.13)$$

Pod pretpostavkom da druge utjecajne veličine nemaju značajniji doprinos (što je u ovom radu uzeto u obzir), standardna nesigurnost relativne devijacije rezultata se računa prema jednadžbi:

$$u(q_c) = \sqrt{u^2(b) + u^2(F_{RS})} \quad (5.14)$$

Kombinirana standardna nesigurnost prilikom umjeravanja mehanizma opterećivanja etalonskog tvrdomjera računa se prema izrazu:

$$u_c = \sqrt{u^2(q_c) + u_{dod}^2} \quad (5.15)$$

Proširena mjerna nesigurnost se računa prema izrazu:

$$U = k \times u_c \quad (5.16)$$

gdje je k – faktor pokrivanja.

Sukladno novom modelu ispitivanja sila (četiri različite pozicije ispitnog stola) i novom modelu procjene i proračuna nesigurnosti provedeno je ponovno umjeravanje sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera. U nastavku su prikazani rezultati umjeravanja sile opterećivanja za HV10. Umjeravanje je provedeno s dva različita prijenosna etalona za istu silu opterećivanja iz razloga što dinamometri imaju različitu konstrukciju koja također može utjecati na dobivene rezultate mjerenja. Oba dinamometra su umjerena kao posrednički etaloni na mjernoj točki 100 N. U tablici 5.4 su prikazani mjeriteljski uvjeti a u tablicma 5.5 i 5.6 rezultati umjeravanja i proračuna mjerne nesigurnosti.

Tablica 5.4: Mjeriteljski uvjeti umjeravanja sile opterećivanja za metodu HV10

Okolišni uvjeti				
Temperatura		Tlak		Vlažnost
21 °C ± 0,5 °C		1035 hPa		55 % rel.
Mjerno pojačalo		Prijenosni etaloni sile		
Mjerno područje:	0,00000 – 2,00000 mV/V	Dinamometar Z30	Mjerno područje:	20 – 100 N
			Nul signal	-0,00124 mV/V
			Priključak	6 - žilni
Najbolja mjerna sposobnost:	≤ 0,00005 mV/V		Mjerna nesigurnost	0,0015 %
Očitavač:	AB12	Dinamometar U1	Mjerno područje:	100 – 500 N
Rezolucija:	0,00001 mV/V		Nul signal:	0,00187 mV/V
Noseća frekvencija :	225 Hz		Priključak:	6 - žilni
			Mjerna nesigurnost:	0,007 %

Tablica 5.5: Umjeravanje sile opterećivanja za metodu HV10

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Prvo mjerenje X_1 , mV/V	Drugo mjerenje X_2 , mV/V	Treće mjerenje X_3 , mV/V	Četvrto mjerenje X_4 , mV/V	Peto mjerenje X_5 , mV/V	Sile X , mV/V			Odstupanje q , %			Ponovljivost b , %
								X_{max}	X_{min}	X_{sr}	q_{max}	q_{min}	q_{sr}	
Poz. 1	98,07	0,40005	0,00000 0,40028 0,00003 0,00000	0,00000 0,40023 0,00002 0,00000	0,00000 0,40022 0,00002 0,00000	0,00000 0,40028 0,00002 0,00000	0,00000 0,40027 0,00001 0,00000	0,40028	0,40022	0,400256	0,057	0,042	0,051	0,015
Poz. 2	98,07	0,40005	0,00000 0,40015 0,00002 0,00000	0,00000 0,4003 0,00002 0,00000	0,00000 0,40016 0,00001 0,00000	0,00000 0,40029 0,00001 0,00000	0,00000 0,40027 0,00000 0,00000	0,40030	0,40015	0,400234	0,062	0,025	0,046	0,037
Poz. 3	98,07	0,40005	0,00000 0,40024 0,00001 0,00000	0,00000 0,40032 0,00001 0,00000	0,00000 0,40039 0,00001 0,00000	0,00000 0,40038 0,00001 0,00000	0,00000 0,40024 0,00001 0,00000	0,40039	0,40024	0,400314	0,085	0,047	0,066	0,037
Poz. 4	98,07	0,40005	0,00000 0,40032 0,00001 0,00000	0,00000 0,40038 0,00001 0,00000	0,00000 0,40026 0,00002 0,00000	0,00000 0,40024 0,00002 0,00000	0,00000 0,40028 0,00003 0,00000	0,40038	0,40024	0,400296	0,082	0,047	0,061	0,035
Poz. 1	98,07	1,96199	0,00000 1,96235 0,00000 0,00000	0,00000 1,96258 0,00003 0,00000	0,00000 1,96255 0,00000 0,00000	0,00000 1,96251 0,00001 0,00000	0,00000 1,96247 0,00000 0,00000	1,96258	1,96235	1,962492	0,030	0,018	0,025	0,012
Poz. 2	98,07	1,96199	0,00000 1,96301 -0,00001 0,00000	0,00000 1,96318 0,00000 0,00000	0,00000 1,96304 -0,00001 0,00000	0,00000 1,96304 -0,00001 0,00000	0,00000 1,96294 0,00000 0,00000	1,96318	1,96294	1,963042	0,060	0,048	0,053	0,012
Poz. 3	98,07	1,96199	0,00000 1,96287 -0,00001 0,00000	0,00000 1,96295 0,00000 0,00000	0,00000 1,96285 0,00000 0,00000	0,00000 1,96270 -0,00001 0,00000	0,00000 1,96263 0,00000 0,00000	1,96295	1,96263	1,962800	0,049	0,032	0,041	0,016
Poz. 4	98,07	1,96199	0,00000 1,96238 -0,00003 0,00000	0,00000 1,96254 -0,00001 0,00000	0,00000 1,96268 -0,00003 0,00000	0,00000 1,96240 -0,00003 0,00000	0,00000 1,96276 0,00000 0,00000	1,96276	1,96238	1,962552	0,039	0,020	0,028	0,019

Tablica 5.6: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV10

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F_N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Srednja vrijednost X_{SR} , mV/V	$s(x)$, %	$u(b)$, %	α , %	a_t , °C	u_t , %	a_s , %	u_s , %	a_e , %	u_e , %	u_{dod} , %	u_{PTB} , %	u_c , %	U_F , %
Poz. 1	98,07	0,40005	0,400256	1,288E-05	0,0032	0,05	0,6	0,0173	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0233	0,007	0,0245	0,049
Poz. 2	98,07	0,40005	0,400234	3,265E-05	0,0082	0,05	0,6	0,0173	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0233	0,007	0,0256	0,051
Poz. 3	98,07	0,40005	0,400314	3,25E-05	0,0081	0,05	0,6	0,0173	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0233	0,007	0,0256	0,051
Poz. 4	98,07	0,40005	0,400296	2,482E-05	0,0062	0,05	0,6	0,0173	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0233	0,007	0,0251	0,050
Poz. 1	98,07	1,96199	1,962492	4,005E-05	0,0020	0,02	0,3	0,0035	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0089	0,0015	0,0092	0,018
Poz. 2	98,07	1,96199	1,963042	3,904E-05	0,0020	0,02	0,3	0,0035	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0089	0,0015	0,0092	0,018
Poz. 3	98,07	1,96199	1,962800	5,865E-05	0,0030	0,02	0,3	0,0035	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0089	0,0015	0,0095	0,019
Poz. 4	98,07	1,96199	1,962552	7,499E-05	0,0038	0,02	0,3	0,0035	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0089	0,0015	0,0098	0,020

Za ostala opterećenja rezultati istraživanja sila opterećivanja navedeni su u Prilogu P-1. Zbog nemogućnosti prekrivanja svakog opterećenja s dva različita etalona sile, za metode HV1, HV3, HV5, HV20 i HV30 ispitivanja su provedena samo s jednim etalonom sile. Za metodu HV50 je uveden je još jedan etalon nazivne sile 5 kN i to kao prijenosni etalon čije je donje granično područje 500 N a što je na samom rubu sile opterećivanja za HV50. No kako će ovaj prijenosni etalon biti u nastavku istraživanja upotrijebljen zbog svojih mogućnosti mjerenja radijalnih sila odmah su njime provedena mjerenja i u ovom dijelu istraživanja.

5.3.3.2 Provjera dijamantnog indentora

Indentori, koji se koriste za primarne i referentne etalone tvrdoće, moraju svojim dimenzijama i karakteristikama ispunjavati zadane kriterije sukladno normi DIN EN ISO 6507-3 (opisano u poglavlju 2.4.1.2). Indentor koji je korišten pri provedbi ispitivanja na sustavu opterećivanja 5030TKV je prikazan na slici 5.7.



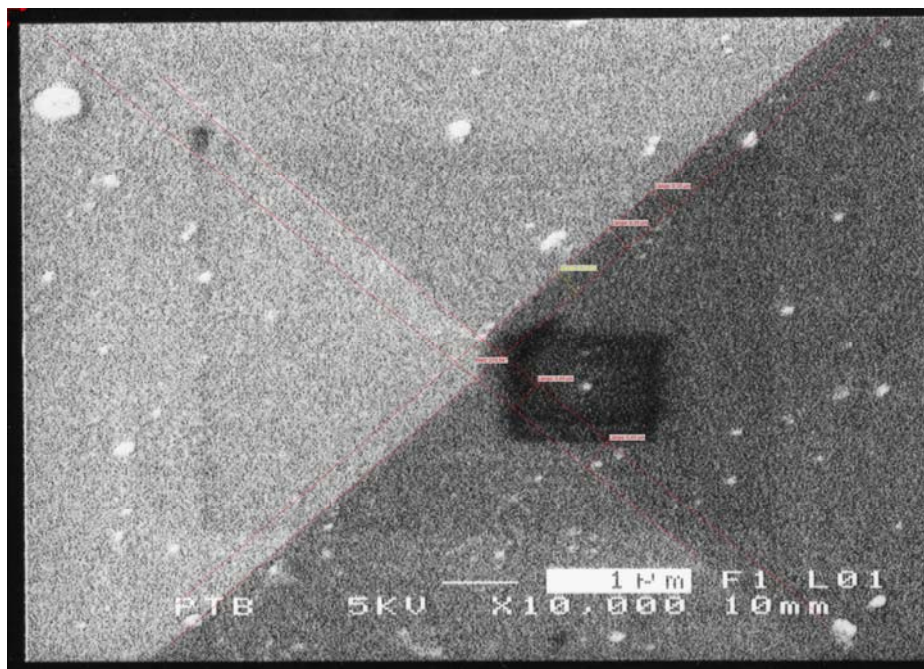
Slika 5.7: Dijamantni indentor oznake 05281

Provjera pojedinih dimenzija indentora provedena je nakon njegove izrade u tvrtki Star Industrial Tools Ltd, Birmingham, Velika Britanija, koja ima akreditirani laboratorij za provjeru indentora pod oznakom UKAS CALIBRATION 0131. Rezultati provjere indentora serijski broj 05281 prikazani su u tablici 5.7.

Iz dobivenih rezultata može se utvrditi da su sve vrijednosti unutar zahtijevanih granica propisanih normom. S obzirom na dostupnost opreme za provedbu ovakvih mjerenja nije bilo mogućnosti za provedbu svih provjera nakon određenog vremena uporabe indentora. Naknadno je provedeno mjerenje duljine linije sjecišta stranica na vrhu dijamantne piramide. To je provedeno na scanning elektronskom mikroskopu u Laboratoriju za materijalografiju FSB-a a na slici 5.8 je prikazan vrha indentora. Iz rezultata mjerenja ($a=0,00067$ mm) moglo se zaključiti da je duljina linije i dalje unutar propisanih granica.

Tablica 5.7: Rezultati provjere indentora serijski broj 05281

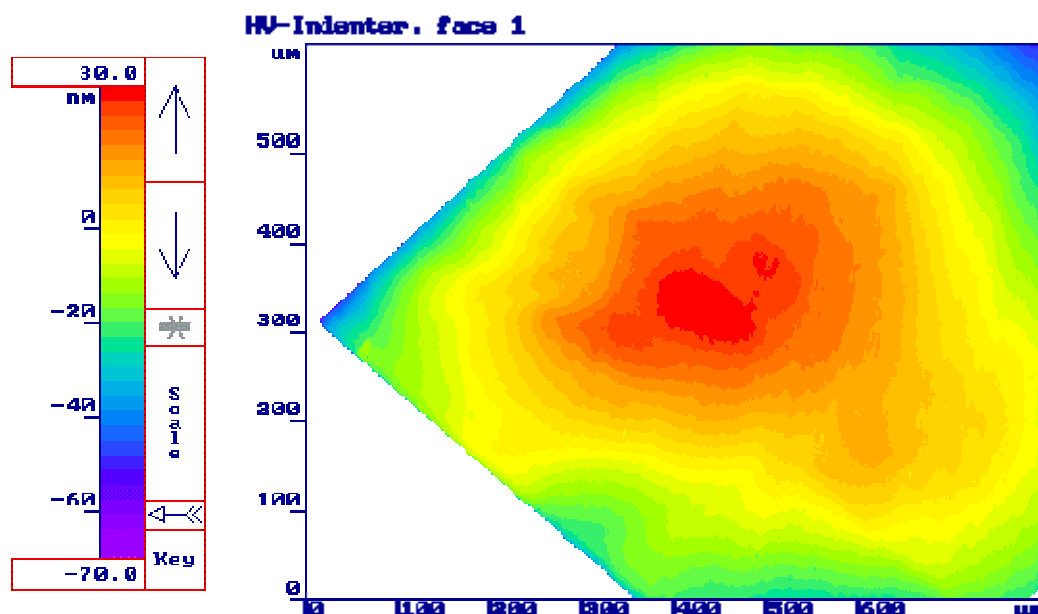
Mjeriteljski uvjeti				
Temperatura:		22 °C ± 2 °C		
Mjerna sposobnost umjernog laboratorija	Mjerna veličina:		Najbolja mjerna sposobnost:	
	Kutevi na indentoru		5 lučnih minuta	
	Linija sjecišta stranica na vrhu piramide		0,5 μm	
Rezultati provjere				
Mjerna veličina		Dozvoljeno odstupanje	Izmjerena vrijednost	Mjerna nesigurnost $k=2$
Kut između osi indentora i pojedinačnih bridova	A1 – B1	90 ° ± 0,4 °	89°98'	5 lučnih minuta
	B1 – C1	90 ° ± 0,4 °	90°00'	
	C1 – D1	90 ° ± 0,4 °	90°01'	
	D1 – A1	90 ° ± 0,4 °	90°01'	
Odstupanje osi piramide od seating površine	A	±0,30 °	68°03'	5 lučnih minuta
	B	±0,30 °	68°02'	
	C	±0,30 °	68°00'	
	D	±0,30 °	68°00'	
Kut između nasuprotnih stranica indentora	A - C	136 ° ± 0,1 °	136°03'	5 lučnih minuta
	B - D	136 ° ± 0,1 °	136°02'	
Linija sjecišta stranica		0,001 mm	0,00092 mm	0,5 μm
Odstupanje od ravnoće površina stranica indentora		0,0003mm	0,00025 mm	



Slika 5.8: Izgled vrha indentora na scanning elektronskom mikroskopu

Osim toga provedena je provjera odstupanje od ravnoće površine (samo jedne stranice dijamantne piramide) u Laboratoriju za tvrdoću PTB, Njemačka. S obzirom da je uređaj na kojem je provedena provjera u eksperimentalnoj fazi uporabe, provedena mjerenja nemaju utvrđenu mjernu nesigurnost, pa se stoga mogu uzeti samo kao

orijentacijska. Ipak, kako je prikazano na slici 5.9, vrijednosti odstupanja ravnoće površine jedne stranice je u dozvoljenim granicama.



Slika 5.9: Provjera odstupanja ravnoće površine stranice indentora 05281

Ova mjerenja daju naznaku da nije dolazilo do promjena karakteristika dijamantnog indentora serijski broj 05281 tijekom interkomparacijskih mjerenja etalonskog tvrdomjera.

5.3.3.3 Provjera ciklusa opterećivanja

U poglavlju 3.4.1.4 (tablica 3.7) dane su brzine opterećivanja te trajanje opterećivanja propisanog normom. Brzina spuštanja indentora prema ispitnoj površini kod ovog referentnog etalona tvrdoće je podešena na 0,1 mm/s. Vrijeme od trenutka dodirivanja indentora ispitne površine pa do postizanja maksimalne sile opterećivanja je podešeno na 8 s. Trajanje opterećenja je 14 s. Sve ove vrijednosti su ručno mjerene te je mjerna nesigurnost izmjerenih vrijednosti ± 1 s. Svakako je ovdje potrebno napomenuti da se ove vrijednosti provjeravaju kod svakog niza mjerenja tvrdoće.

5.3.3.4 Provjera ispitnog stola

Pri mjerenju tvrdoće jedan od utjecajnih faktora je prionljivost ispitnog uzorka ili etalonske pločice na noseću podlogu odnosno ispitni stol. U nekim znanstvenim radovima ([47], [50], [54], [55]) su provođena istraživanja utjecaja podloga u kontaktu na mjerenje tvrdoće. Iz tih zaključaka su proizašli i određeni uvjeti koje moraju ispunjavati kontaktne podloge ispitnog uzorka i ispitnog stola. Na slici 5.10 je prikazan ispitni stol sustava za opterećivanje 5030TKV.

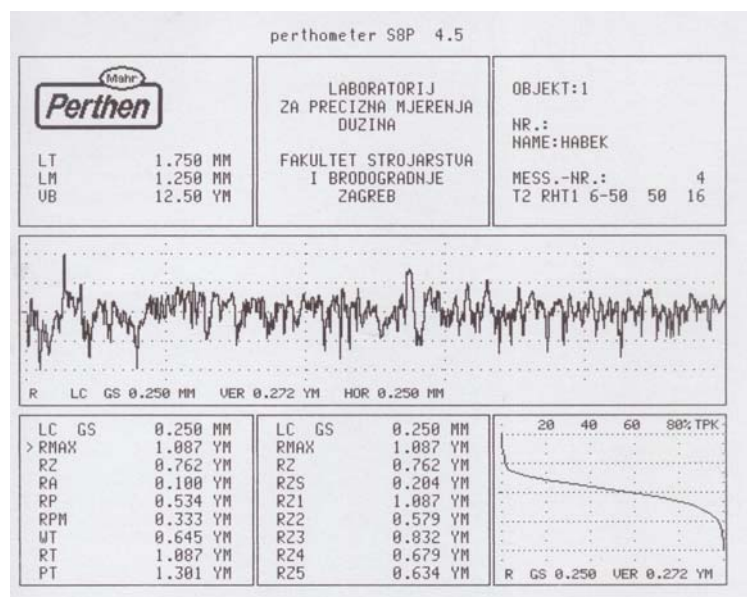


Slika 5.10: Ispitni stol sustava za opterećivanje 5030TKV

U cilju ispitivanja kvalitete površine ispitnog stola provedena su slijedeća ispitivanja:

- ispitivanje hrapavosti površine ispitnog stola;
- ispitivanje radijalnih sila pri mjerenju tvrdoće.

Ispitivanje hrapavosti površine provedeno je u Laboratoriju za mjerenje duljine FSB-a na uređaju koji je opisan u poglavlju 5.6.1.2. Rezultat ispitivanja prikazan je na slici 5.11.



Slika 5.11: Rezultati ispitivanja hrapavosti ispitnog stola

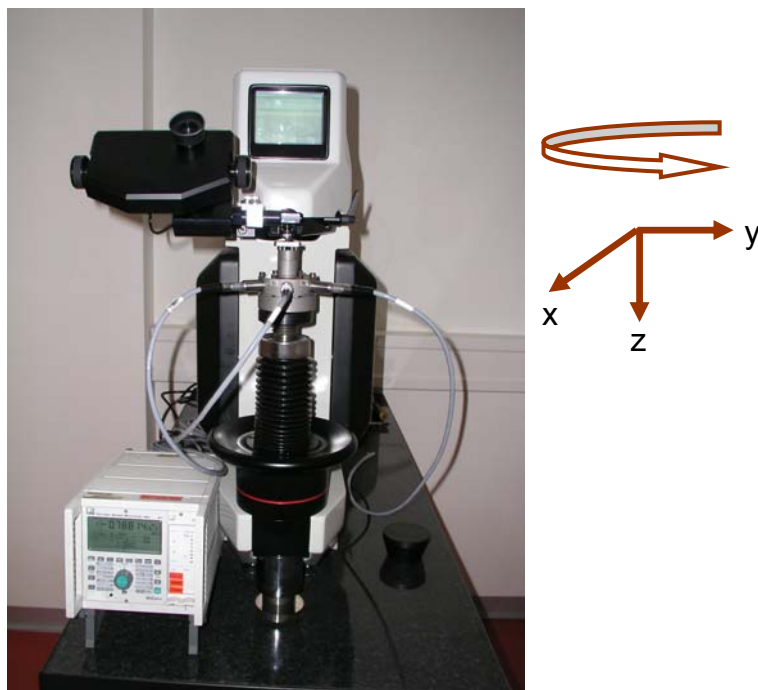
Iz ovih rezultata je vidljivo da hrapavost kontaktne površine ispitnog stola iznosi $R_a \leq 0,1 \mu\text{m}$. Uspoređujući to s literaturnim podacima i podacima iz znanstvenih radova, navedenih na početku ovog poglavlja, ova kvaliteta površina je potpuno zadovoljavajuća.

5.3.4 Ispitivanje sila opterećivanja u radijalnom smjeru

Jedno od velikih pitanja pri ispitivanju tvrdoće Vickersovom metodom je aksijalnost djelovanja sile opterećivanja. Ako se razmotri konstrukcijsko rješenje mehanizma prijenosa opterećenja od utega preko sustava poluga i indentora na ispitni uzorak, jasno je da tu postoji mnogo utjecajnih faktora na aksijalnost djelovanja opterećenja. Ovdje treba uzeti u razmatranje slijedeće:

- odstupanja između osi držača piramide i osi samog dijamantnog vrha indentora koje bi se trebale poklapati;
- geometrijska izvedba dijamantnog vrha (dužina linije sijecišta brušenih stranica);
- odstupanje osi vodilice kroz koju klizi indenter pri opterećivanju od osi držača indentora;
- odstupanje od okomitosti vodilica-ispitni stol;
- planparalelnost ispitnog uzorka ili etalonske pločice;
- odstupanje od okomitosti navojnog vretena na kojem se nalazi ispitni stol itd.

Sve su to mogući utjecaji čije je djelovanje vrlo teško kvantificirati. Stoga je ovdje provedeno jedno ispitivanje u cilju utvrđivanja mogućnosti mjerenja radijalnih komponenti sila opterećivanja te kakvo je njihovo značenje. Za to je bila potrebna posebna oprema. U zadnjih par godina došlo je do razvoja višekomponentnih dinamometara koji mogu mjeriti ne samo aksijalnu komponentu već i radijalne komponente sile koje stvaraju određene momente. Na slici 5.12 je prikazan način postavljanja ovog dinamometra na ispitni stolić etalonskog tvrdomjera te smjer djelovanja ispitivanih sila.



Slika 5.12: Mjerenje aksijalnih i radijalnih komponenti sile opterećivanja za metodu HV50

Provedeno je ispitivanje radijalnih sila u smjeru osi x i y samo kod opterećenja HV50 jer je bio dostupan samo jedan takav dinamometar (KTN 5, nazivne sile 5 kN) koji je

imao mogućnosti istovremenog mjerenja sile u smjeru x, y i z osi. S obzirom da je on primjenjiv u mjernom području od 0,5 kN do 5 kN bilo je moguće provesti ispitivanja sila samo za metodu HV50. Ispitivanje sila je provedeno tako da su prva i treća serija mjerenja provedene bez podizanja pločice s ispitnog stolića. Kod druge serije mjerenja pri svakoj novoj mjernoj točki je etalonska pločica odvojena od ispitnog stola. U tablici 5.8 su prikazani rezultati ispitivanja pri mjerenjima sila uz primjenu etalonske pločice IN40452G.

Tablica 5.8: Rezultati ispitivanja aksijalnih i radijalnih komponenti sila opterećivanja za metodu HV50 na etalonskoj pločici IN40452G

Etalonska pločica 417,3 HV50	Mjerni niz	F_z		F_x		F_y		b_z	b_x	b_y
		mV/V	N	mV/V	N	mV/V	N	%	%	%
Serija 1	1.1	0,19630	490,3393	0,00942	23,533	-0,00141	-3,522	0,015	1,274	8,108
	1.2	0,19631	490,3643	0,00945	23,609	-0,00147	-3,672			
	1.3	0,19629	490,3143	0,00942	23,534	-0,00153	-3,823			
	1.4	0,19632	490,3892	0,00954	23,834	-0,00152	-3,797			
	1.5	0,19631	490,3643	0,00945	23,609	-0,00150	-3,748			
Serija 2	2.1	0,19631	490,3643	0,00918	22,935	-0,00147	-3,673	0,073	5,374	13,958
	2.2	0,19642	490,6461	0,00940	23,484	-0,00131	-3,273			
	2.3	0,19628	490,2893	0,00909	22,710	-0,00140	-3,498			
	2.4	0,19633	490,4142	0,00891	22,260	-0,00128	-3,198			
	2.5	0,19632	490,3892	0,00900	22,485	-0,00135	-3,373			
Serija 3	3.1	0,19634	490,4392	0,00920	22,985	-0,00138	-3,448	0,025	0,873	8,326
	3.2	0,19629	490,3143	0,00912	22,785	-0,00135	-3,373			
	3.3	0,19632	490,3892	0,00918	22,935	-0,00130	-3,248			
	3.4	0,19631	490,3643	0,00920	22,985	-0,00127	-3,173			
	3.5	0,19631	490,3643	0,00915	22,860	-0,00131	-3,273			

Prema rezultatima ponovljivosti, za svaku os mjerenja sile, uočeno je da pri seriji 2 dolazi do većih rasipanja sila. To znači da pri pomicanju pločice dolazi do stvaranja tzv. «zračnog jastuka» između etalonske pločice i površine ispitnog stola. Isto tako zamijećena je pojava da tek nakon trećeg niza mjerenja sila poprima konstantniju vrijednost što upozorava da prije umjeravanja etalonske pločice treba provesti najmanje tri mjerenja kako bi došlo do stabilizacije kontakta između etalonske pločice i površine ispitnog stola.

Sile koje se javljaju u radijalnom smjeru osi x iznose približno oko 4,6 % aksijalne sile dok sile u smjeru osi y oko 0,7 %. Ove sile imaju slično ponašanje kao i aksijalna sila ali njihov iznos je jako upitan. Prvi razlog tomu leži u problemu umjeravanja ovog dinamometra za sile u smjeru osi x i y jer još danas nije razvijen etalon sile koji bi istovremeno umjeravao sile u sve tri osi. Drugi problem je što se etalonska pločica postavlja na dinamometar pa praktično postoji još jedna kontaktna površina što svakako povećava nesigurnost mjerenja. Premo tome ovdje se može konstatirati da radijalne sile postoje no njihov iznos trenutno je još teško utvrditi.

U prilogu P-2 (tablica P-2.1) navedeni su rezultati ispitivanja radijalnih sila opterećivanja na etalonskoj pločici IN6087G koja je više tvrdoće (802,8 HV50) čija je kvaliteta izrade ista kao i kod pločice IN40452G. Da bi se analizirali pojedini utjecaji, potpuno indentično ispitivanje provedeno je i na etalonskoj pločici oznake WERKO-V252724 čija kvaliteta izrade nije bila na razini prethodnih pločica. Ova pločica je

također zadovoljavala sve zahtjeve propisane normom EN ISO 6507-3 osim hrapavosti koja je iznosila $R_a \leq 2 \mu\text{m}$. Rezultati ispitivanja sila na ovoj pločici su prikazani u prilogu P-2 (tablica P-2.2)

5.4 Provjera sustava za očitavanje veličine otiska

Kao osnovni sustav za očitavanje veličine otiska kod idejne razrade predviđenih istraživanja bio je odabran video sustav Olympus u Laboratoriju za precizna mjerenja duljine (LFSB) Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. No kod izrade sustava za opterećivanje pojavio se problem odabira mjernog mjesta ispitivanja tvrdoće, pogotovo kod mjerenja na etalonskim pločicama visoke tvrdoće s niskim opterećenjima. Iz tog razloga je pri izradi sustava za opterećivanje odmah dodan jedan sustav za očitavanje koji ujedno služi i za pozicioniranje odabranog mjesta za mjerenje tvrdoće a i za mjerenje veličine otiska. Ovako su dobivena dva različita sustava za mjerenje veličine otiska koji su različiti po načinu mjerenja, a oba po svojim karakteristikama ispunjavaju zahtjeve koji su definirani normom DIN EN ISO 6507-3 (poglavlje 2.4.1.3 tablica 3.6). Prema tome u ovom su radu primjenjeni slijedeći sustavi za očitavanje veličine otiska:

- optički mjerni mikroskop I/G-258 (kao dodatni dio na sustavu za opterećivanje);
- opto-električni sustav CCD-LFSB (kao samostalni uređaj).

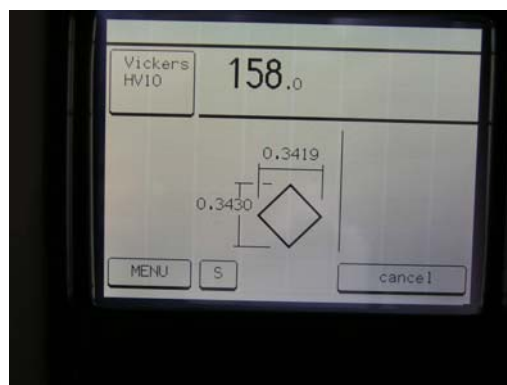
Provjera ovih uređaja provedena je kroz postupak njihova umjeravanja te je time i utvrđena njihova mjerna nesigurnost.

5.4.1 Optički mjerni mikroskop I/G-258

Ovaj uređaj je sastavni dio sustava za opterećivanje te time i etalonskog tvrdomjera, a prikazan je na slici 5.13.



a)



b)

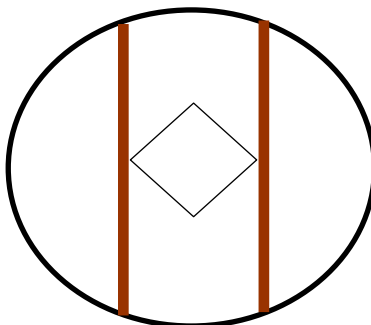
Slika 5.13: Uređaj za očitavanje veličine otiska I/G-258

a) prikaz uređaja

b) digitalni displej

Osnova mjerenja na ovom sustavu je da se preko leća u okularu promatra otisak i dvije mjerne linije kao što je prikazano na slici 5.14. Dovođenjem unutrašnjih stranica

ovih mjernih linija na rubove otiska i pritiskanjem prekidača, na displeju (slika 5.13 b) se direktno očitava vrijednost dijagonale otiska.



Slika 5.14: Način očitavanja vrijednosti dijagonale otiska na sustavu I/G-258

Provjera ovog uređaja provedena je u dvije faze:

- prva faza: umjeravanje u INDENTECU,
- druga faza: umjeravanje u LIMS-u nakon instalacije cjelokupnog sustava za opterećivanje.

Prva faza provjere u INDENTEC-ovom UKAS akreditiranom laboratoriju provedena je nakon izrade mjernog uređaja s mjernom skalom a rezultati provjere su prikazani u tablici 5.9. Mjerna sposobnost ovog akreditiranog laboratorija je $U = 0,5 \mu\text{m}$ uz $k=2$ i $P=95\%$.

Tablica 5.9: Rezultati provjere optičkog mjernog mikroskopa I/G-258 u INDENTEC-u

Mjeriteljski uvjeti							
Temperatura:							
Početak:		22 °C ± 0,2 °C		Završetak:		22 °C ± 0,2 °C	
Umjeravani sustav:	Optički mjerni mikroskop		Umjerni sustav:	Mjerna skala			
	Oznaka:	I/G-258		Oznaka:		CS2085	
	Rezolucija:	0,1 μm		Mjerna nesigurnost:		U = 0,5 μm, k=2, P=95%.	
Rezultati mjerenja							
Nominalna dimenzija, mm	Kalibrirana dimenzija, mm	I niz mjerenja, mm	Pogreška, mm	II niz mjerenja, mm	Pogreška, mm	Aritmetička sredina pogreške, mm	Pogreška %
0	0	0,0000	0,0000	0,0001	0,0001	0,0001	0,00
1	1,0006	1,0000	-0,0006	1,0008	0,0002	-0,0002	-0,02
1	1,0006	1,0010	0,0004	1,0016	0,0010	0,0007	0,07
0,5	0,5007	0,50005	-0,0002	0,5004	-0,0003	-0,0003	-0,05
0,4	0,4003	0,4000	-0,0003	0,4001	-0,0002	-0,0002	-0,06
0,3	0,3006	0,3004	-0,0002	0,3002	-0,0004	-0,0003	-0,10
0,2	0,2005	0,2003	-0,0002	0,2005	0,0000	-0,0001	-0,05
0,1	0,1008	0,1006	-0,0002	0,1007	-0,0001	-0,0002	-0,15

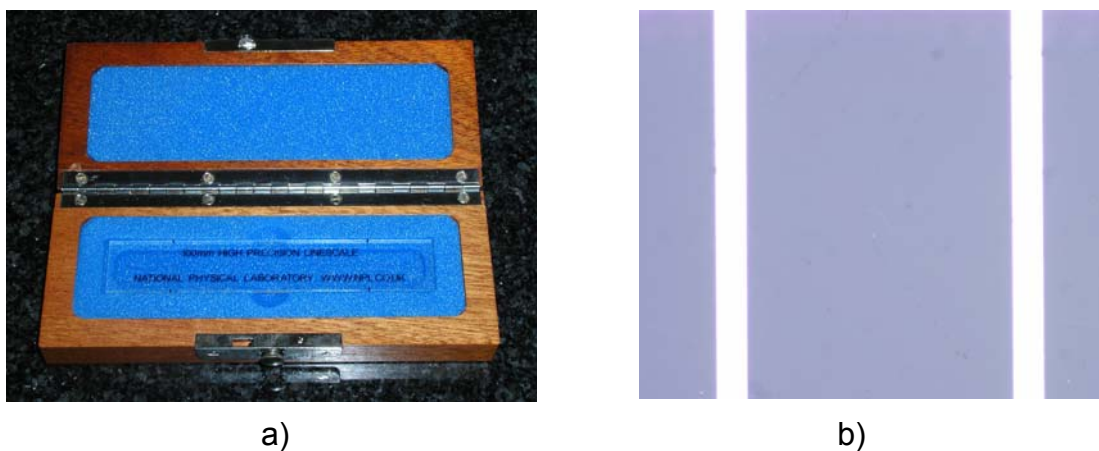
Kako se kod ovog etalonskog tvrdomjera radi o opterećenjima iznad HV1 očekivane duljine dijagonala otisaka su iznad $0,040\text{ mm}$ pa je maksimalno dozvoljeno odstupanje

0,5 % od d . Iz priloženih rezultata prikazanih u tablici 5.9 vidi se da ovaj optički sustav zadovoljava taj zahtijev.

Druga faza umjeravanja provedena je u LIMS-u. S obzirom da su mijenjani mjeriteljski uvjeti potrebno je bilo još jednom provesti umjeravanje na mjestu instalacije etalonskog tvrdomjera. Umjeravanje je provedeno u LIMS-u s referentnom skalom koja je prikazana na slici 5.15 a kompletan proces je bio pod nadzorom djelatnika LFSA-a. Umjeravanje ove referentne mjerne skale je provedeno u PTB-u na nacionalnom etalonu duljine Njemačke. Mjerna nesigurnost ove skale dana je izrazom:

$$U_{LRS} = \sqrt{(10nm)^2 + (0,18 \bullet L)^2} \quad (5.17)$$

uz $k=2$ i $P=95\%$ gdje je U_{LRS} izraženo u nm a L u mm.



Slika 5.15: Referentna mjerna skala
a) mjerna skala
b) detaljni prikaz linija na skali

Umjeravanje sustava I/G-258 su provela dva mjeritelja s višegodišnjim iskustvom pod približno identičnim mjeriteljskim uvjetima s time da mjeritelj (M I) dolazi s područja umjeravanja mjernih skala a drugi (M II) s područja mjerenja veličine otiska kod mjerenja tvrdoće. Pri umjeravanju su provedena tri mjerna niza u osam točaka ravnomjerno raspoređenih od 0,1 mm do mjerne duljine od 0,8 mm jer je pretpostavka da nema potrebe ići do 1 mm jer i veličina otisaka neće biti veća s obzirom na primjenljiva opterećenja. Tijekom umjeravanja mjeritelji su se izmjenjivali kod svakog niza kako bi imali određene vremenske intervale kao pauzu. Razlog tomu je potreba za velikom koncentracijom pri ugađanju mjernih linija. Rezultati umjeravanja su prikazani u tablici 5.10 a obrada i izračun mjerne nesigurnosti u tablici 5.11.

Usporedbom rezultata prikazanih u tablici 5.9 i tablici 5.10 jasno je uočljivo da je došlo do sustavnog pomaka na optičkom mjernom mikroskopu I/G-258. Stoga je izvršena korekcija interpolacijom izmjerenih vrijednosti. Korekcija pokazivanja optičkog mjernog mikroskopa opisana je izrazom:

$$L = 1,0029 \cdot L_{RS} + 0,0015, \text{ mm}$$

gdje je L_{RS} u mm.

Tablica 5.10: Rezultati umjeravanja sustava za očitavanje I/G-258 s LFSB-ovom mjernom skalom

Mjeriteljski uvjeti						
Temperatura:						
Početak:		22 °C ± 0,5 °C		Završetak:		22 °C ± 0,5 °C
Umjeravani sustav:	Optički mjerni mikroskop			Umjerni sustav:	Referentna mjerna skala	
	Oznaka:	I/G-258			Oznaka:	LFSB-MS 322
	Rezolucija:	0,1 µm			Mjerna nesigurnost:	Izraz 5.17
Rezultati mjerenja						
	Mjeritelj MI			Mjeritelj MII		
Nominalna dimenzija L_{RS} , mm	Niz mjerenja I L_1 , mm	Niz mjerenja II L_2 , mm	Niz mjerenja III L_3 , mm	Niz mjerenja I L_1 , mm	Niz mjerenja II L_2 , mm	Niz mjerenja III L_3 , mm
0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
0,1	0,1031	0,1022	0,1021	0,1008	0,1023	0,1033
0,2	0,2022	0,2026	0,2021	0,2026	0,2031	0,2029
0,3	0,3025	0,3021	0,3025	0,3031	0,3028	0,3039
0,4	0,4024	0,4020	0,4029	0,4031	0,4033	0,4035
0,5	0,5030	0,5024	0,5036	0,5039	0,5044	0,5045
0,6	0,6029	0,6030	0,6030	0,6030	0,6039	0,6045
0,7	0,7028	0,7028	0,7026	0,7041	0,7035	0,7041
0,8	0,8014	0,8023	0,8032	0,8033	0,8039	0,8042

Oba mjeritelja su zamijetili veći problem pri ugađanju mjernih linija kada je vidno polje šire odnosno kod većih mjernih duljina. Stoga je u slijedećem setu umjeravanja skraćena mjerna duljina ali je promijenjen i model rada. S obzirom da će prilikom mjerenja tvrdoće veličine otiska biti unutar granica 0,1 – 0,5 mm drugi dan je provedeno ponovno umjeravanje u tom mjernom području. Kako za umjeravanje jedne etalonske pločice treba minimalno napraviti pet otisaka, a na svakom otisku dva mjerenja dijagonala, to znači da mjeritelj radi minimalno desetak mjerenja u jednom kraćem vremenskom periodu. Stoga je primjenjen model da svaki mjeritelj napravi sva tri niza mjerenja zaredom.

Tablica 5.11: Rezultati umjeravanja sustava za očitavanje I/G-258 s LFSB-ovom mjernom skalom s izvršenom korekcijom

L_{RS} , mm	L_{cor} , mm	Mjeritelj M I				Mjeritelj M II			
		\bar{L} , mm	ΔL_{rel} , %	U_L , %	ΔL_{max} , %	\bar{L} , mm	ΔL_{rel} , %	U_L , %	ΔL_{max} , %
0,1	0,1018	0,10247	0,754	0,628	1,382	0,10213	0,426	1,430	1,856
0,2	0,2021	0,20230	0,198	0,154	0,352	0,20287	0,479	0,147	0,626
0,3	0,3024	0,30237	0,088	0,090	0,179	0,30327	0,386	0,218	0,604
0,4	0,4027	0,40243	0,033	0,130	0,163	0,40330	0,249	0,059	0,308
0,5	0,5030	0,50300	0,100	0,138	0,238	0,50427	0,352	0,075	0,426
0,6	0,6032	0,60297	0,044	0,015	0,059	0,60380	0,183	0,145	0,327
0,7	0,7035	0,70273	-0,024	0,021	-0,003	0,70390	0,142	0,058	0,200
0,8	0,8038	0,80230	-0,100	0,130	0,030	0,80380	0,087	0,066	0,153

Isto tako je uočeno da postoji razlika u rezultatima mjerenja između ova dva mjeritelja. Ova razlika može proizaći iz načina ugađanja linija ali i iz kvalitete vida svakog od mjeritelja. Ovaj problem će svakako utjecati na rezultate mjerenja tvrdoće odnosno na nesigurnost tih rezultata o što je već opisano još u poglavlju 4.2.4. Stoga je u ovim

istraživanjima uveden još jedan mjeritelj koji ima manje iskustva s tim da je predhodno obučen o načinu provedbe umjeravanja. Rezultati ovog istraživanja su prikazani u tablici 5.12.

Tablica 5.12: Rezultati drugog dana umjeravanja sustava za očitavanje I/G-258

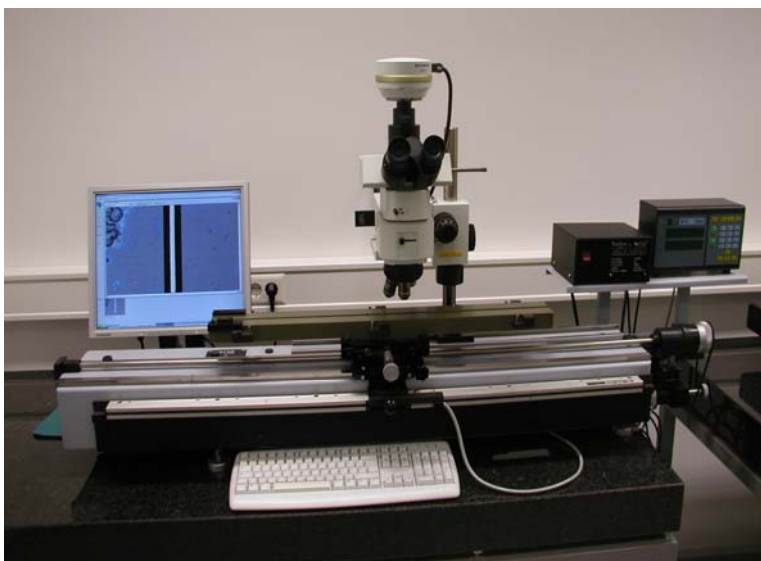
Mjeriteljski uvjeti										
Temperatura:										
Početak:			22 °C ± 0,5 °C		Završetak:		22 °C ± 0,5 °C			
Umjeravani sustav:		Optički mjerni mikroskop			Umjerni sustav:		Referentna mjerna skala			
		Oznaka:		I/G-258						
		Rezolucija:		0,1 μm						
							Oznaka:		LFSB-MS 322	
							Mjerna nesigurnost:		Izraz 5.17	
Rezultati mjerenja										
Mjeritelj I					\bar{L} mm	ΔL_{rel} , %	U_L , %	ΔL_{max} , %		
0,1	0,1018	0,1019	0,1021	0,1028	0,10227	0,557	0,540	1,097		
0,2	0,2021	0,2018	0,2027	0,2031	0,20253	0,314	0,382	0,696		
0,3	0,3024	0,3023	0,3031	0,3022	0,30253	0,143	0,190	0,333		
0,4	0,4027	0,4025	0,4031	0,4035	0,40303	0,182	0,145	0,327		
0,5	0,5030	0,5031	0,5034	0,5037	0,50340	0,179	0,070	0,249		
Mjeritelj II										
0,1	0,1018	0,1018	0,1026	0,1030	0,10247	0,754	0,696	1,450		
0,2	0,2021	0,2026	0,2031	0,2031	0,20293	0,512	0,168	0,679		
0,3	0,3024	0,3030	0,3031	0,3038	0,30330	0,397	0,168	0,565		
0,4	0,4027	0,4031	0,4042	0,4035	0,40360	0,323	0,160	0,484		
0,5	0,5030	0,5039	0,5041	0,5043	0,50410	0,318	0,047	0,366		
Mjeritelj III										
0,1	0,1018	0,1021	0,1022	0,1027	0,10233	0,623	0,369	0,992		
0,2	0,2021	0,2019	0,2020	0,2021	0,20200	0,050	0,064	0,114		
0,3	0,3024	0,3019	0,3025	0,3019	0,30210	0,000	0,134	0,134		
0,4	0,4027	0,4016	0,4030	0,4029	0,40250	0,050	0,225	0,274		
0,5	0,5030	0,5005	0,5026	0,5020	0,50170	-0,159	0,249	0,090		

Cilj uvođenja još jednog mjeritelja nije bio istraživanje koliko je odstupanje mjerenja različitih mjeritelja, jer bi za to bilo potrebno puno više mjeritelja, nego samo usporedba s rezultatima već provedenim takovim istraživanjima. Na temelju te usporedbe provedena je procjena tog utjecaja i poslije je uvršteno u proračun nesigurnosti mjerenja dijagonale otiska pri mjerenju tvrdoće.

5.4.2 Opto-električni sustav CCD-LFSB-a

Opto-električni sustav CCD-LFSB-a se sastoji od mikroskopa s ugrađenom visokokvalitetnom i preciznom CCD kamerom koja je spojena na računalo s prikladnim programskim paketom (slika 5.16). Mikroskop je opremljen s objektivima različitih povećanja (10X, 20X, 50X) a izbor objektiva provodi se sukladno predmetu mjerenja. Proces viziranja provodi se uz pomoć mikroskopa s digitalnom CCD kamerom Olympus DP 70 s 12, 5 Megapiksela. Kamera je spojena na zasebno računalo koje uz pomoć programskog paketa Olympus DP-BSW manager 1.2.1.107 preuzima i obrađuje prikaz s kamere. Ova kamera sadrži CCD čip, koji ima 145 000 000 piksela i sustav progresivnog skeniranja. Kamera daje prikaz preko računala u više rezolucija (4080x3072 piksela, 2040x1536 piksela, 1360x1024 piksela i 680x512 piksela).

Proces obrade slike je statičan, što znači da je neophodno obrađivati slike, a nije moguće obrađivati "živi" signal prikaza koji daje CCD kamera.

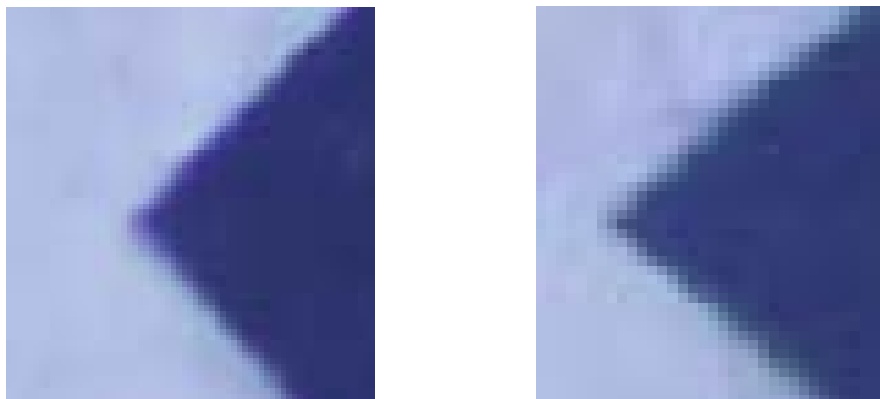


Slika 5.16: Opto-električni sustav CCD-LFSB za mjerenje duljine



Slika 5.17: Prikaz otiska na opto-električnom sustavu CCD-LFSB

Na slici 5.18 je prikazan detalj ruba otiska koji ukazuje da je postavljanje mjerne linije na rub otiska ustvari procjena da na tom mjestu je vrh otiska. Posebno to dolazi do izražaja ako fokusiranje slike nije bilo dobro provedeno (slika 5.18 b) što pripada u područje subjektivnosti mjeritelja.



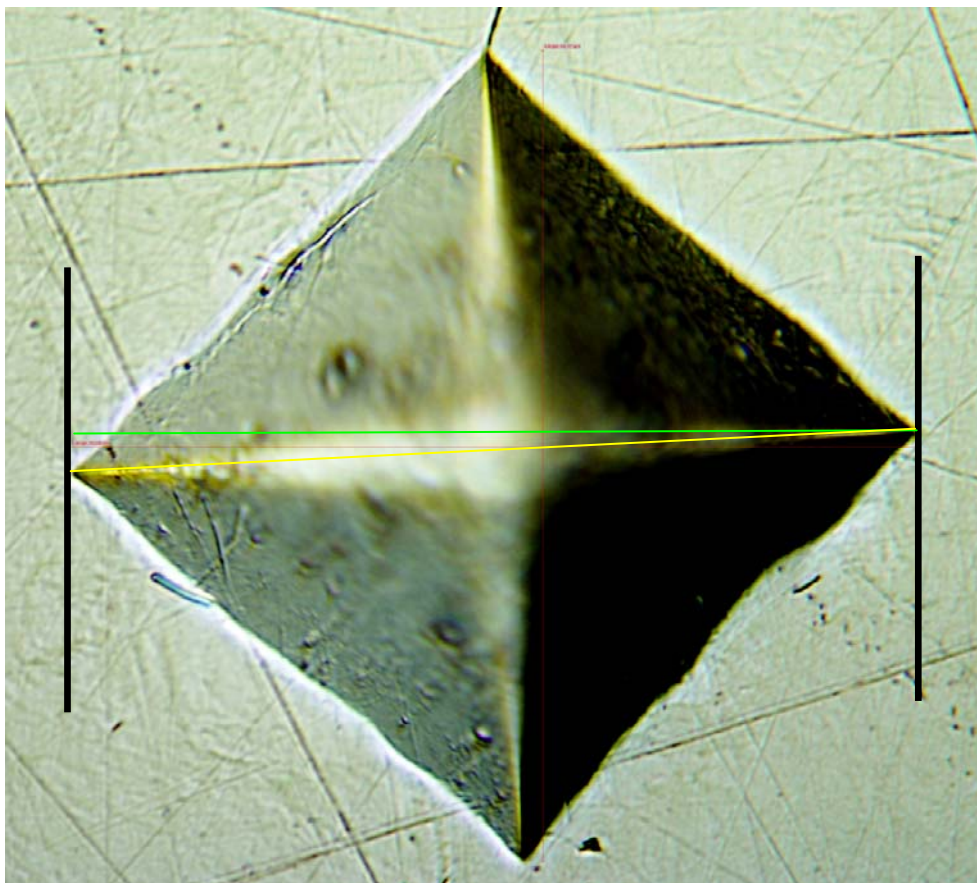
Slika 5.18: Rub otiska pri različitim izoštrjenjima okulara

S obzirom na svoje mogućnosti i mjernu sposobnost ovaj je uređaj primjenjen u ovom radu za mjerenje veličine otisaka kao odvojeni sustav.

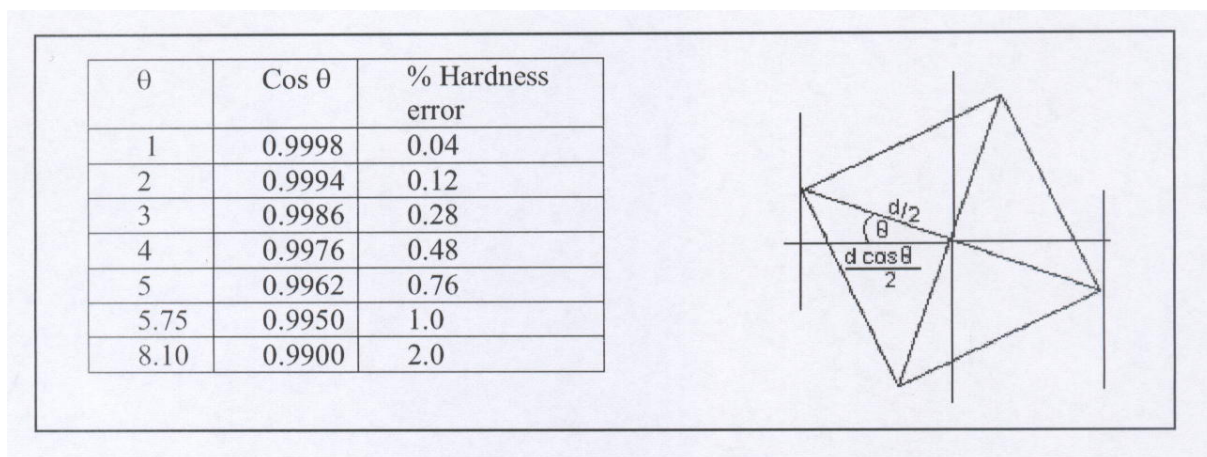
Primjenom optičkog mjernog mikroskopa I/G-258 i opto-električnog sustava CCD-LFSB, kao dva zasebna sustava za očitavanje veličine otiska različitih mjernih sposobnosti čije vrijednosti su unutar dozvoljenih granica odstupanja sukladno normama i uputama, omogućeno je potvrđivanje ili odbacivanje hipoteze ovog rada. Uklapanjem ovih sustava u jednu cjelinu, zajedno sa sustavom za opterećivanje, dobiven je novi sustav – etalonski tvrdomjer za mjerenje fizikalne veličine tvrdoća po metodi Vickers koja je potpuno različita od mjerenih veličina koje su dobivene mjerenjem na ovim sustavima kada su razdvojeni. U nastavku su provedena istraživanja pojedinih utjecaja na nesigurnost mjerenja etalonskog tvrdomjera kao jedne cjeline.

5.4.3 Problem očitavanja dijagonale otiska

Tijekom provedbe preliminarnih mjerenja zamijećena je pogreška uslijed poravnavanja rubova otiska. Ova problematika se pojavljuje kod mjerenja otiska od jednog do drugog ruba dijagonale što je prikazano na slici 5.19. Određivanje ovog utjecaja na mjerenje dijagonale otiska potrebno je provesti za svaki sustav zasebno. Prema istraživanjima koja su provedena u NPL-u [56] procjena utjecaja uslijed orijentacije otiska dana je na slici 5.20. Iako je poravnavanje često izostavljeno, iz ovoga je vidljivo da ta pogreška može znatno utjecati na rezultat mjerenja tvrdoće. Na temelju ovih rezultata te promatranja ponašanja oba sustava očitavanja, koja su primjenjena u ovom radu, izvršena je procjena ove pogreške te je ista uključena u procjenu i proračun mjerne nesigurnosti.



Slika 5.19: Pogreška uslijed rotacije otiska



Slika 5.20: Pogreška tvrdoće s obzirom na krivu orijentaciju izmjerene otiska [57]

Iz razmatranja tehnike mjerenja na sustavu I/G-258 (direktno od ruba do ruba otiska) i opto-električnog sustava CCD-LFSB-a (analizator slike) jasno je da ova dva sustava nisu jednako imuna na ovu pogrešku.

Kod opto-električnog sustava CCD-LFSB razmak između dva ruba otiska očitava se u pixelima te je kalibracija pixela primarna utjecajna veličina. Zbog mogućnosti zakretanja etalonske pločice pri «živoj slici» pri različitim povećanjima moguće je poravnati rubove otiska unutar $0,5^\circ$ što daje za pravo da se ova pogreška ne smatra

od presudne važnosti. Zbog problema procjene samog ruba otiska (objašnjeno u poglavlju 5.3.2.2) uslijed deformacije materijala procijenjena je širina te zone 1-2 μm ovisno o veličini primjenjenog povećanja. S obzirom da cosinus kuta od $0,5^\circ$ ne mijenja značajno duljinu dijagonale u mjernom području od 100 μm do 800 μm i da praktično problem očitavanja ruba otiska prekriva problem zarotiranosti, procjena povećanja mjerne nesigurnosti ovog sustava za 0,1 μm dovoljno dobro procjenjuje ove probleme. Procjenu i proračun svih ovih nesigurnosti su proveli djelatnici LFSB-a te konačna proširena mjerna nesigurnost opto-električnog sustava CCD-LFSB kao sustava za očitavanje veličine otiska etalonskog tvrdomjera iznosi $U = 0,4 \mu\text{m}$ uz $k=2$ i $P=95 \%$.

S obzirom na problematiku mjerenja kuta zakretanja otiska kod sustava I/G-258, koji je sastavni dio sustava za opterećivanje, provedba procjene utjecaja orijentacije otiska je jako složena. Za ovo bi bila potrebna dodatna oprema koja bi se morala ugraditi na ispitni stol, što zahtijeva promjenu konstrukcije sustava za opterećivanje a to nije bilo moguće izvesti. Stoga je provedena procjena mogućeg kuta odstupanja pri mjerenju I/G-258 sustavom i uzet je maksimalni kut odstupanja od 2° . Sukladno istraživanjima NPL [57] procjena pogreške uslijed orijentiranosti otiska iznosi 0,12 % HV što je unešeno u procjenu i proračun mjerene nesigurnosti pri mjerenju veličine otiska sa sustavom I/G-258.

5.5 Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera

Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera provodi se pomoću primarnih etalonskih pločica tvrdoće sukladno normi DIN EN ISO 6507-3. Zbog visoke cijene izrade ovih primarnih etalonskih pločica umjeravanje etalonskog tvrdomjera nije provedeno za sva opterećenja. Stoga je posuđeno šest primarnih etalonskih pločica od UKAS-ovog nacionalnog laboratorija za tvrdoću i to za dvije metode HV10 i HV30 (tri primarne pločice na svakom opterećenju). Primjenjene primarne etalonske pločice su umjerene u nacionalnom etalonu tvrdoće Velike Britanije čija najbolja mjerna sposobnost iznosi 0,3%HV uz $k=2$ i $P=95 \%$. U tablicama 5.13 i 5.14 su prikazani rezultati indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10 uz primjenu sustava za očitavanje I/G-258 ili CCD-LFSB. U tablici 5.15 je prikazan utjecaj korekcije sile opterećivanja na stvarnu izmjerenu vrijednost predhodno dobivenih rezultata umjeravanja.

U prilogu P-3 su prikazani ostali rezultati umjeravanja za metode HV10 i HV30. Procjena i proračun mjerne nesigurnosti provedena je sukladno algoritmu koji je dan u poglavlju 4.3.2.2 a izračuni za pojedine nesigurnosti su prikazani u tablicama s rezultatima.

Pregledom ovih rezultata umjeravanja uočava se da je proširena mjerna nesigurnost (U_{HTM}) etalonskog tvrdomjera za mjernu metodu HV10 ispod $\pm 1 \%$ HV10 što je isti slučaj i za metodu HV30. S obzirom da nije bilo mogućnosti provedbe umjeravanja i za ostala opterećenja, što je već prije opisano, provedena su interkomparacijska mjerenja s dva međunarodno priznata laboratorija kako bi se potvrdila mjerna sposobnost instaliranog etalonskog tvrdomjera.

Tablica 5.13: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN28256G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	272,2	Rezolucija:	0,000 1 mm
Rezultati mjerenja					
Redni broj mjerenja		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm	
1		0,2604	0,2608	0,26060	273,07
2		0,2604	0,2607	0,26055	273,18
3		0,2621	0,2618	0,26195 _{max}	270,27 _{min}
4		0,2607	0,2603	0,26050	273,28
5		0,2601	0,2597	0,25990 _{min}	274,55 _{max}
Srednja vrijednost		0,26070			272,87
Standardno odstupanje	S_{xCRM-1}	0,00075			1,57
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c_i	$u_i (H)$
u_{CRM-P}	272,2 HV10	0,8166	Normalna	1	0,8166
u_{xCRM-1}	0 HV	0,80197705	Normalna	1	0,801977
u_{ms}	0,0001mm	2,88675E-05	Pravokutna	2085,683	0,060208
u_{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana mjerna nesigurnost					1,15 HV
Proširena mjerna nesigurnost					2,29 HV
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U_{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV		
272,87	2,29	0,67	2,96		

Tablica 5.14: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN28256G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	272,2	Rezolucija:	0,000 1 mm
Rezultati mjerenja					
Redni broj mjerenja		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10
		d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm	
1		0,26105	0,26042	0,26074 _{max}	272,79 _{min}
2		0,26038	0,26050	0,26044 _{min}	273,41 _{max}
3		0,26007	0,26084	0,26046	273,38
4		0,26110	0,26034	0,26072	272,82
5		0,26015	0,26104	0,26060	273,08
Srednja vrijednost		0,26059			273,10
Standardno odstupanje	S_{xCRM-1}	0,00014			0,29
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c_i	$u_i (H)$
u_{CRM-P}	272,2 HV10	0,8166	Normalna	1	0,8166
u_{xCRM-1}	0 HV	0,14986334	Normalna	1	0,149863
u_{ms}	0,0001mm	2,88675E-05	Pravokutna	2085,683	0,060208
u_{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana mjerna nesigurnost					0,83 HV
Proširena mjerna nesigurnost					1,66 HV
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U_{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV		
273,10	1,66	0,90	2,56		

Tablica 5.15: Utjecaj korekcije sile opterećivanja na rezultate indirektnog umjeravanja primarnom etalonskom pločicom IN28256G tvrdoće 272,2 HV10

Sustav za očitanje I/G-258					
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10					
1	2	3	4	5	
273,17	273,27	270,36	273,38	274,64	
Srednja vrijednost		272,96			
Standardno odstupanje	S _{xCRM-1}	1,57			
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
Veličina X _i	Procijenjena vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c _i	u _i (H)
u _{CRM-P}	272,2 HV10	0,8166	Normalna	1	0,8166
u _{xCRM-1}	0 HV	0,80227962	Normalna	1	0,80225
u _{ms}	0,0001mm	2,88675E-05	Pravokutna	2085,29	0,060197
u _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana mjerna nesigurnost					1,15HV
Proširena mjerna nesigurnost					2,29 HV
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U _{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera b̄ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH _{HTMmax} HV		
272,96	2,29	0,76	3,05		

Sustav za očitanje CCD-LFSB					
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10					
1	2	3	4	5	
272,88	273,50	273,47	272,91	273,18	
Srednja vrijednost		273,19			
Standardno odstupanje	S _{xCRM-1}	0,29			
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
X _i	x _i	u(x _i)	Vrsta razdiobe	c _i	u _i (H)
u _{CRM-P}	272,2 HV10	0,8166	Normalna	1	0,8166
u _{xCRM-1}	0 HV	0,14991433	Normalna	1	0,149914
u _{ms}	0,0001mm	2,88675E-05	Pravokutna	2085,29	0,060197
u _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana mjerna nesigurnost					0,83 HV
Proširena mjerna nesigurnost					1,66 HV
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
HV HV	U _{HTM} HV	b̄ HV	ΔH _{HTMmax} HV		
273,19	1,66	0,99	2,65		

5.6 Interkomparacijska mjerenja

Osnovni cilj provedbe interkomparacijskih mjerenja bio je potvrđivanje mjerne sposobnosti referentnog etalonskog tvrdomjera LIMS-a te njegov položaj u piramidi sljedivosti za mjernu veličinu tvrdoća na europskoj i svjetskoj razini. Isto tako ovim usporednim mjerenjima moguće je ustanoviti razlike između dva primjenjena sustava očitavanja na koje je vezan sustav za opterećivanje, te utvrditi doprinose pojedinih utjecajnih veličina na rezultate mjerenja etalonskog tvrdomjera a čiji je utjecaj pojedinačno na sustave već utvrđen.

Usporedna mjerenja su provedena u tri mjeriteljske institucije:

- INDENTEC, Velika Britanija;
- PTB, Njemačka;
- FSB-LIMS, Hrvatska.

Ovdje je potrebno napomenuti da su interkomparacijska mjerenja u LIMS-u provedena na sljedeći način:

- utiskivanje provedeno u LIMS-u na etalonskom tvrdomjeru (sustav za opterećivanje 5030TKV) a
- mjerenje veličine otisaka:
 - na optičkom mjernom mikroskopu I/G-258 i
 - na opto-električnom sustavu CCD- LFSB.

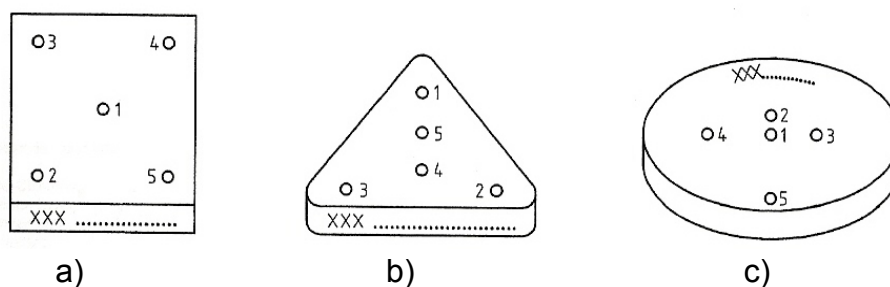
Mjerenja su provedena na četrnaest etalonskih pločica koje su predhodno ispitane kako bi se provjerilo da li one zadovoljavaju kriterije koje propisuje norma EN 6507-3.

5.6.1 Provjera kvalitete etalonskih pločica

Kako bi se smanjili utjecaji pojedinih veličina na rezultate međulaboratorijskih usporednih mjerenja, etalonske pločice su morale biti izrađene tako da ispune sve zahtjeve propisane normom DIN EN ISO 6507-3. Cilj je bio da niti jedna vrijednost za pojedinu mjernu veličinu ne bude blizu graničnih vrijednosti kako bi se svi mogući utjecaji smanjili na što je moguće manju mjeru. U tu svrhu su na etalonskim pločicama provedena sljedeća ispitivanja:

- ravnoće;
- hrapavosti;
- planparalenosti.


Dimenzije i oblik etalonskih pločica su propisani a mogući oblici su prikazani na slici 5.18. U ispitivanjima koja su provedena u sklopu ovog rada korištene su etalonske pločice tipa a) i c). Pri umjeravanju etalonskih pločica potrebno je provesti najmanje pet mjerenja na svakoj pločici a propisan je i raspored otisaka za svaki od ovih tipova etalonskih pločica (slika 5.21). Osim toga na svakoj pločici mora biti ugravirana identifikacijska oznaka te oznaka ustanove koja je provela umjeravanje.



Slika 5.21: Tipovi etalonskih pločica [20]

U nastavku je prikazna metoda za provjeru pojedinih parametara koji se ispituju na etalonskim pločicama. Ovdje su dani rezultati ispitivanja samo za etalonsku pločicu IN60115G za metodu HV10, čiji se osnovni podaci nalaze u tablici 5.16. Za ostale pločice rezultati su prikazani u prilogu P-3.

Tablica 5.16: Osnovni podaci o etalonskoj pločici IN60115G za metodu HV10

Oznaka:	IN60115G HV10	
Proizvođač:	INDENTEC, Velika Britanija	
Oblik:	Tip c (slika 5.21)	
Dimenzije:	vanjski promjer: 60,4 mm debljina: 11,7 mm	

5.6.1.1 Provjera ravnoće

Prema dosadašnjim istraživanjima ravnoća površine može utjecati na rezultate mjerenja tvrdoće. Kako bi se izbjeglo, odnosno smanjilo utjecaj neravnoće, u laboratoriju LFSB-a su provedena ispitivanja ravnoće, kako ispitne tako i nalijegajuće površine etalonske pločice. Dozvoljena tolerancija odstupanja ravnoće ispitne i nalijegajuće površine ne smije biti veća do 0,005 mm sukladno normi DIN EN ISO 6507-3. Mjerenje odstupanja od ravnosti provedeno je interferometrijskom metodom pomoću interferencijskog mikroskopa Carl Zeiss (slika 5.22).



Slika 5.22: Interferencijski mikroskop Carl Zeiss

Rezultati mjerenja prikazani su u tablici 5.17.

Tablica 5.17: Rezultati mjerenja odstupanja od ravnosti etalonske pločice IN60115G

Mjerenje br.	1	2	3
Odstupanje od ravnosti, μm	0,15	0,12	0,12

Odstupanje od ravnosti iznosi 0,15 μm ; $U = 0,06 \mu\text{m}$; $k=2$, $P=95 \%$.

5.6.1.2 Provjera hrapavosti

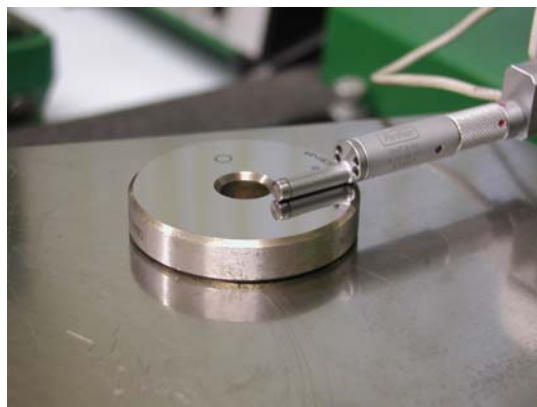
Sukladno normi DIN EN ISO 6507-3 dozvoljena odstupanja hrapavosti na mjernoj duljini od 0,80 mm su:

- dozvoljena hrapavost ispitne površine je $R_a \leq 0,05 \mu\text{m}$;
- dozvoljena hrapavost nalijegajuće površine je $R_a \leq 0,8 \mu\text{m}$.

Ispitivanja hrapavosti su provedena u LFSB-u na elektromehaničkom uređaju za ispitivanje hrapavosti površina oznake: MU 2-127; proizvođač: Feinprüf; tip: Perthometer S8P (slika 5.23 a). Mjerna mjesta ispitivanja su prikazana na slici 5.24, a rezultati su dani u tablici 5.18.



a)

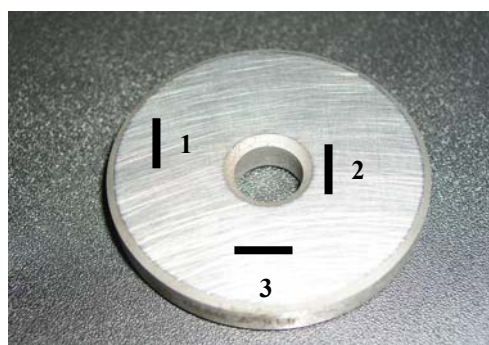


b)

Slika 5.23: Ispitivanje hrapavosti etalonskih pločica

a) elektromehanički uređaj MU 2-127

b) princip provjere hrapavosti na etalonskoj pločici



Slika 24: Položaj mjesta na kojima su provedena ispitivanja hrapavosti

Tablica 5.18: Rezultati ispitivanja hrapavosti etalonske pločice IN60115G

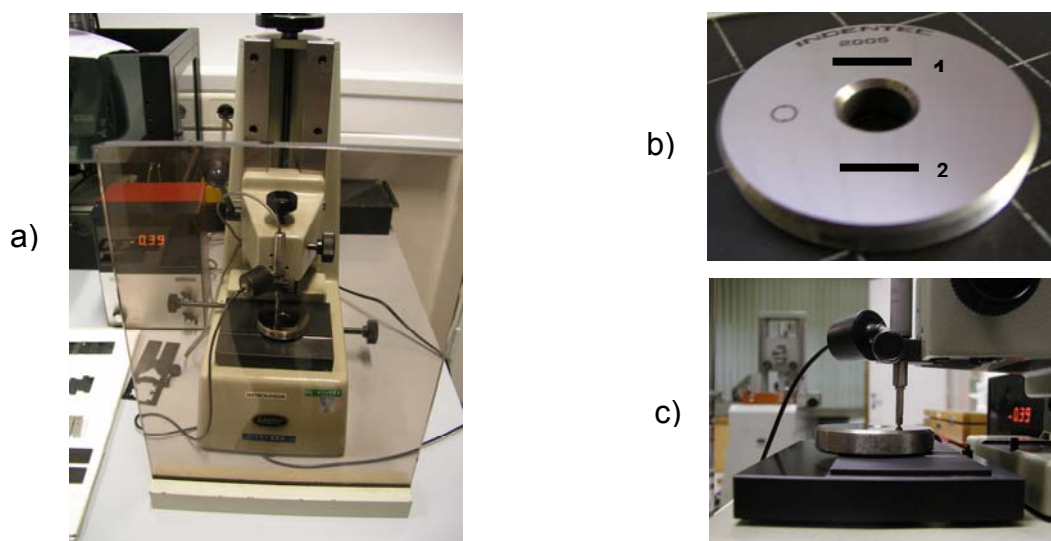
Mjerni niz	Ispitna površina	Nalijegajuća površina
1		
2		
3		

Iz rezultata ispitivanja maksimalna vrijednost parametra hrapavosti iznosi:

- ispitna površina: $R_a \leq 0,004 \mu\text{m}$,
- nalijegajuća površina: $R_a \leq 0,103 \mu\text{m}$.

5.6.1.3 Provjera planparalelnosti površina

Dozvoljeno odstupanje od paralelnosti nalijegajuće i ispitne površine ne smije biti veće od 0,010 mm na 50 mm sukladno normi DIN EN ISO 6507-3. Ispitivanja planparalelnosti površina etalonskih pločica su provedena na uređaju za usporedno mjerenje PGM; oznake: MU 41-363; proizvođač: MAHR; tip: 826E; serijski broj: 08148 (slika 5.25 a).



Slika 5.25: Mjerenje planparalelnosti etalonskih pločica

a) uređaj MU 41-363

b) raspored mjernih nizova na etalonskoj pločici

c) kontakt ticalo - etalonska pločica

Mjerenje su provedena kroz dva niza ispitivanja na mjernoj duljini 50 mm s 10 mjernih točaka. Rezultati su prikazani u tablici 5.19.

Tablica 5.19: Rezultati ispitivanja planparalelnosti etalonske pločice IN60115G

Mjerni niz	Mjerenje, μm									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+0,16	+0,34	+0,35	+0,36	+0,31	+0,04	-0,03	-0,18	-0,39	-0,59
2	+0,18	+0,22	+0,17	+0,25	+0,23	+0,16	+0,07	-0,11	-0,15	-0,20

Maksimalno odstupanje od planparalelnosti iznosi $0,59 \mu\text{m}$; $U = 0,4 \mu\text{m}$; $k=2$, $P=95 \%$.

Iz dobivenih rezultata ispitivanja ravnoće, hrapavosti i planparalelnosti za etalonsku pločicu IN60115G može se zaključiti da je obrada površina provedena vrlo kvalitetno i da su dobiveni parametri daleko ispod zahtijevanih granica. Rezultati ovih ispitivanja za ostale etalonske pločice se nalaze u prilogu P-4 (tablica P-4.1) a zaključak o kvaliteti obrade je isti.

5.6.2 Rezultati interkomparacijskih mjerenja

Kako je već predhodno navedeno, interkomparacijska mjerenja su provedena u tri različita laboratorija. Ovdje su prikazani rezultati samo za tvrdoću metode HV 10 i to za dvije etalonske pločice, dok su rezultati mjerenja za ostale etalonske pločice navedeni u prilogu P-5.

Mjeriteljski uvjeti su približno identični u sva tri laboratorija. Na svakoj pločici je izmjereno po pet otisaka a njihov raspored prikazan je na slici 5.26 i identičan je u sva tri laboratorija. Procjena i proračun mjernih nesigurnosti proveden je prema modelu opisanom u poglavlju 4.3.3 i to u sva tri laboratorija.



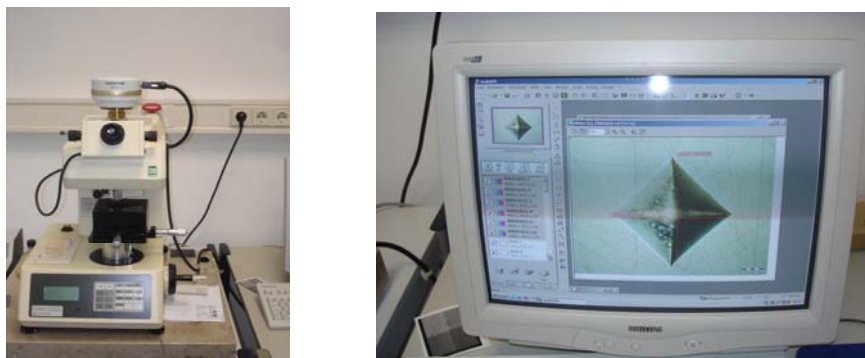
Slika 5.26: Raspored otisaka po etalonskoj pločici

5.6.2.1 Interkomparacijska mjerenja u laboratoriju INDENTEC-a

Umjeravanje etalonskih pločica provedeno je u Laboratoriju tvrtke INDENTEC čija najbolja mjerna sposobnost iznosi 1 % HV uz $k=2$, $P=95$ %. Radi se o međunarodno priznatom laboratoriju koji je akreditiran po UKAS-u s oznakom UKAS CALIBRATION 0232. Rezultati umjeravanja etalonskih pločica za metodu HV10 su prikazani u tablici 5.21.

5.6.2.2 Interkomparacijska mjerenja u laboratoriju PTB-a

Nacionalni laboratorij za tvrdoću u Njemačkoj nalazi se u PTB-u, Braunschweig pod oznakom Arbeitsgruppe 5.12 Härtemesstechnik. Umjeravanje etalonskih pločica za veličinu tvrdoće HV1 je provedeno na uređaju koji je prikazan na slici 5.27.



Slika 5.27: Njemački nacionalni etalon tvrdoće za metodu HV1

Ostala umjeravanja su provedena na primarnim etalonima tvrdoće gdje je opterećenje ostvareno direktno utezima. Mjerna nesigurnost djelovanja sila je $\leq 0,002$ % uz $k=2$, $P=95$ %, što je u današnjim tehničkim uvjetima maksimalno moguće ostvariti. Kod ovakvih uređaja su odvojeni sustav za ostvarivanje opterećenja i sustav za očitavanje veličine otisaka. Oba sustava su prikazana na slici 5.28. Mjerna sposobnost PTB-ovog laboratorija je prikazana u tablici 5.20.



a)



b)

Slika 5.28: Nacionalni etalon tvrdoće Njemačke za metode HV3 do HV50

a) sustav za opterećivanje

b) sustav za očitavanje veličine otiska LIBRA 200

Tablica 5.20: Mjerne sposobnosti Nacionalnog laboratorija Njemačke za tvrdoću [12]

Mjerna veličina	Mjerno područje	Mjerna nesigurnost U ($k=2$; $P=95\%$)
HV1	30 HV1 do 3000 HV1	$8 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0145 \cdot HV - 0,58$
HV3	30 HV3 do 3000 HV3	$5 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0087 \cdot HV - 0,24$
HV5	30 HV5 do 3000 HV5	$4 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0085 \cdot HV - 0,04$
HV10	30 HV10 do 3000 HV10	$4 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0081 \cdot HV - 0,13$
HV20	30 HV20 do 3000 HV20	$2 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0076 \cdot HV - 0,13$
HV30	30 HV30 do 3000 HV30	$1 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0080 \cdot HV - 0,22$
HV50	50 HV50 do 3000 HV50	$2 \cdot 10^{-6} \cdot HV^2 + 0,0053 \cdot HV + 0,03$

Pri provedbi umjeravanja posebna pozornost posvećena je točnom definiranju parametara ispitivanja a to se odnosi na:

- brzinu spuštavanja indentora u neopterećenom stanju, te
- brzinu prodiranja indentora u etalonsku pločicu.

Rezultati umjeravanja etalonskih pločica za metodu HV10 u PTB-ovom laboratoriju prikazani su u tablici 5.22.

5.6.2.3 Interkomparacijska mjerenja u laboratorijima FSB-a

Interkomparacijska mjerenja u LIMS-u su provedena tako da je utiskivanje otisaka na etalonskim pločicama provedeno na sustavu za opterećivanje 5030TKV a mjerenje veličine otiska na dva različita sustava za očitavanje:

- na optičkom mjernom mikroskopu I/G-258;
- na opto-električnom sustavu CCD- LFSB.

U tablici 5.23 su prikazani rezultati interkomparacijskih mjerenja provedenih sa sustavom za opterećivanje 5030TKV i sustavom za očitavanje I/G-258 a u tablici 5.24 sa sustavom za opterećivanje 5030TKV i opto-električni sustavom CCD-LFSB.

Tablica 5.21: Rezultati interkomparacijskih mjerenja za metodu HV10 u INDENTEC-u

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Etalonski tvrdomjer		Oznaka:	
Temperatura:	22 °C ± 1 °C			Rezolucija:	0,000 1 mm
Tlak:	1035 hPa			Mjerna nesigurnost:	± 1 %
Rezultati mjerenja - etalonska pločica IN40211G					
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm		
1	0,21062	0,21070	0,21066	417,88	
2	0,21167	0,21169	0,21168	413,86	
3	0,21226	0,21210	0,21218	411,91	
4	0,21171	0,21165	0,21168	413,86	
5	0,2109	0,21127	0,21109	416,20	
Srednja vrijednost	0,211457			414,74	
Standardno odstupanje	S _{xCRM-1}	0,000591		2,32	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
Veličina X _i	Procijenjena vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c _i	u _i (H)
u _{CM}		2,073701		1	2,073701
u _{xCRM-2}		1,182318		1	1,182318
Kombinirana mjerna nesigurnost				2,39 HV10	
Proširena mjerna nesigurnost				4,77 HV10	
Rezultati mjerenja- etalonska pločica IN60115G					
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm		
1	0,15151	0,15135	0,151430	808,70	
2	0,15187	0,15139	0,151630	806,57	
3	0,15142	0,15135	0,151385	809,18	
4	0,15174	0,15152	0,151630	806,57	
5	0,15131	0,15116	0,151235	810,79	
Srednja vrijednost	0,151462			808,36	
Standardno odstupanje	S _{xCRM-1}	0,00017		1,81	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
Veličina X _i	Procijenjena vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c _i	u _i (H)
u _{CM}		4,041812		1	4,041812
u _{xCRM-2}		0,922658		1	0,922658
Kombinirana mjerna nesigurnost				4,15 HV10	
Proširena mjerna nesigurnost				8,29 HV10	

Tablica 5.22: Rezultati interkomparacijskih mjerenja za metodu HV10 u PTB-u

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš			Etalonski tvrdomjer			
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C		Oznaka:	PTB-HT-086		
Tlak:	1055 hPa		Rezolucija:	0,000 1 mm		
			Mjerna nesigurnost:	4·10 ⁻⁶ ·HV ² + 0,0081·HV - 0,13		
			Brzina spuštanja indentora	1 mm/s		
			Trajanje opterećivanja	8 s		
Rezultati mjerenja - etalonska pločica IN40211G						
Redni broj mjerenja		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
		d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm		
1		0,2128	0,2118	0,21230	411,45	
2		0,2117	0,2115	0,21160	414,17	
3		0,2125	0,2125	0,21250	410,67	
4		0,2129	0,2108	0,21185	413,20	
5		0,2115	0,2122	0,21185	413,20	
Srednja vrijednost		0,21202			412,54	
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,000368		1,43	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X _i		Procijenjena vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c _i	u _i (H)
u _{CM}			1,946142		1	1,946142
u _{xCRM-2}			0,730517		1	0,730517
Kombinirana mjerna nesigurnost					2,08 HV10	
Proširena mjerna nesigurnost					4,16 HV10	
Rezultati mjerenja - etalonska pločica IN60115G						
Redni broj mjerenja		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
		d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm		
1		0,1503	0,1527	0,1515	807,95	
2		0,1509	0,1515	0,1512	811,16	
3		0,1515	0,1511	0,1513	810,09	
4		0,1522	0,1506	0,1514	809,02	
5		0,1501	0,1522	0,1512	811,70	
Srednja vrijednost		0,15131			809,99	
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,000143		1,53	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X _i		Procijenjena vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c _i	u _i (H)
u _{CM}			4,527603		1	4,527603
u _{xCRM-2}			0,781311		1	0,781311
Kombinirana mjerna nesigurnost					4,59 HV10	
Proširena mjerna nesigurnost					9,19 HV10	

Tablica 5.23: Rezultati interkomparacijskih mjerenja za metodu HV10 na sustavima 5030TKV - I/G-258

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Sustav za očitanje veličine otiska		Sustav za opterećivanje		
Temperatura:	21 °C ±1 °C	Oznaka:	I/G-258	Oznaka:	5030TKV	
Tlak:	1050 hPa	Rezolucija:	0,000 1 mm	Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s	
		Mjerna nesigurnost:	1 % HV10	Trajanje opterećivanja:	8 s	
Rezultati mjerenja - etalonska pločica IN40211G						
Redni broj mjerenja		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
		d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm		
1		0,2103	0,2111	0,21070	417,89	
2		0,2135	0,2124	0,21295	409,10	
3		0,2141	0,2125	0,21330	407,76	
4		0,2109	0,2112	0,21105	416,50	
5		0,2103	0,2102	0,21025	419,68	
Srednja vrijednost		0,21165			414,19	
Standardno odstupanje		S_{xCRM-1}	0,001382		5,39	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X_i		Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c_i	$u_i (H)$
u_{CM}			2,070094		1	2,070094
u_{xCRM-2}			2,748299		1	2,748299
Kombinirana mjerna nesigurnost					3,44HV10	
Proširena mjerna nesigurnost					6,88 HV10	
Rezultati mjerenja- etalonska pločica IN60115G						
Redni broj mjerenja		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
		d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm		
1		0,1525	0,1519	0,15220	800,86	
2		0,1519	0,1508	0,15135	809,88	
3		0,152	0,1527	0,15235	799,29	
4		0,1531	0,1521	0,15260	796,67	
5		0,1529	0,1515	0,15220	800,86	
Srednja vrijednost		0,15214			801,51	
Standardno odstupanje		S_{xCRM-1}	0,000471		4,98	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X_i		Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c_i	$u_i (H)$
u_{CM}			4,005949		1	4,005949
u_{xCRM-2}			2,539476		1	2,539476
Kombinirana mjerna nesigurnost					4,74 HV10	
Proširena mjerna nesigurnost					9,49 HV10	

Tablica 5.24: Rezultati interkomparacijskih mjerenja za metodu HV10 na sustavima 5030TKV – CCD-LFSB

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Sustav za očitanje veličine otiska		Sustav za opterećivanje		
Temperatura:	21 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	CCD	Oznaka:	5030TKV	
Tlak:	1035 hPa	Rezolucija:	0,000 1 mm	Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s	
		Mjerna nesigurnost:	0,4 µm	Trajanje opterećivanja:	8 s	
Rezultati mjerenja - etalonska pločica IN40211G						
Redni broj mjerenja		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
		d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm		
1		0,21136	0,21296	0,21216	412,15	
2		0,20950	0,21185	0,21068	417,99	
3		0,21105	0,21041	0,21073	417,77	
4		0,20945	0,21168	0,21057	418,42	
5		0,21073	0,21074	0,21074	417,75	
Srednja vrijednost		0,210973			416,82	
Standardno odstupanje		S_{xCRM-1}	0,000667		2,62	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X_i		Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c_i	$u_i (H)$
u_{CM}			1,333686		1	1,333686
u_{xCRM-2}			1,335527		1	1,335527
Kombinirana mjerna nesigurnost					1,89 HV10	
Proširena mjerna nesigurnost					3,77 HV10	
Rezultati mjerenja- etalonska pločica IN60115G						
Redni broj mjerenja		Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
		d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm		
1		0,15178	0,15113	0,15145	808,77	
2		0,15241	0,15113	0,15177	805,42	
3		0,15176	0,15144	0,15160	807,17	
4		0,15145	0,15209	0,15177	805,44	
5		0,15145	0,15113	0,15129	810,52	
Srednja vrijednost		0,151577			807,46	
Standardno odstupanje		S_{xCRM-1}	0,000207		2,20	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X_i		Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c_i	$u_i (H)$
u_{CM}			2,803356		1	2,803356
u_{xCRM-2}			1,122912		1	1,122912
Kombinirana mjerna nesigurnost					3,02 HV10	
Proširena mjerna nesigurnost					6,04 HV10	

5.6.3 Dodatno ispitivanje površine etalonskih pločica za interkomparacijska mjerenja

Tijekom interkomparacijskih mjerenja na etalonskim pločicama uočena su veća odstupanja u odnosu na primarne etalonske pločice premda su ispitne površine bile podjednako pripremljene. Prema literaturnim i iskustvenim podacima ovo je uzrokovano prvenstveno nehomogenošću materijala etalonske pločice. No, ovdje svakako ne treba zanemariti i promjenu okolišnih uvjeta (temperatura, tlak, vlažnost, itd.) tijekom interkomparacijskih mjerenja, što svakako utječe na rezultate mjerenja. Laboratoriji su bili udaljeni preko 1000 km jedan od drugog što izaziva velike promjene okolišnih uvjeta pri transportu. Tijekom ispitivanja dolazi do kontaminacije površinskog sloja etalonske pločice nečistoćama, oksidima i slično. U kojoj mjeri ove pojave utječu na rezultate mjerenja tvrdoće veliko je pitanje. Iz ovog razloga su provedena slijedeća ispitivanja:

- pregled površine scanning elektronskim mikroskopom i
- mikroanaliza kemijskih elemenata na ispitnoj površini i u samom otisku.

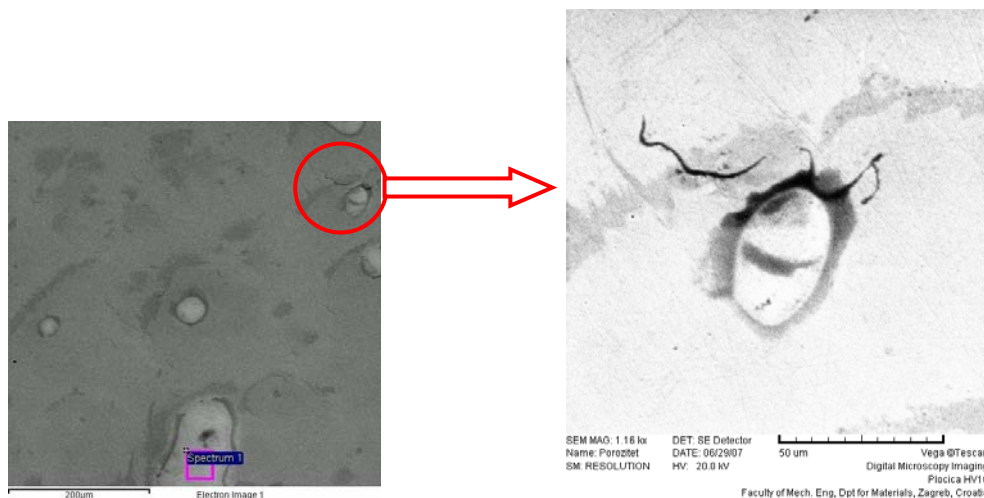
Ova ispitivanja su provedena na scanning elektronskom mikroskopu (slika 5.29) koji se nalazi u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Uređaj spada u skupinu visoko kvalitetnih računalom upravljanih elektronskih mikroskopa konstruiranih za rad s varijabilnim vakuumom. Proizvođač uređaja je TESCAN, Češka, a tip: VEGA TSS136LS.



Slika 5.29: Scanning elektronski mikroskop TESCAN

Kemijske mikroanalize su napravljene pomoću EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) detektora proizvođača OXFORD INSTRUMENTS u području detekcije 20 keV.

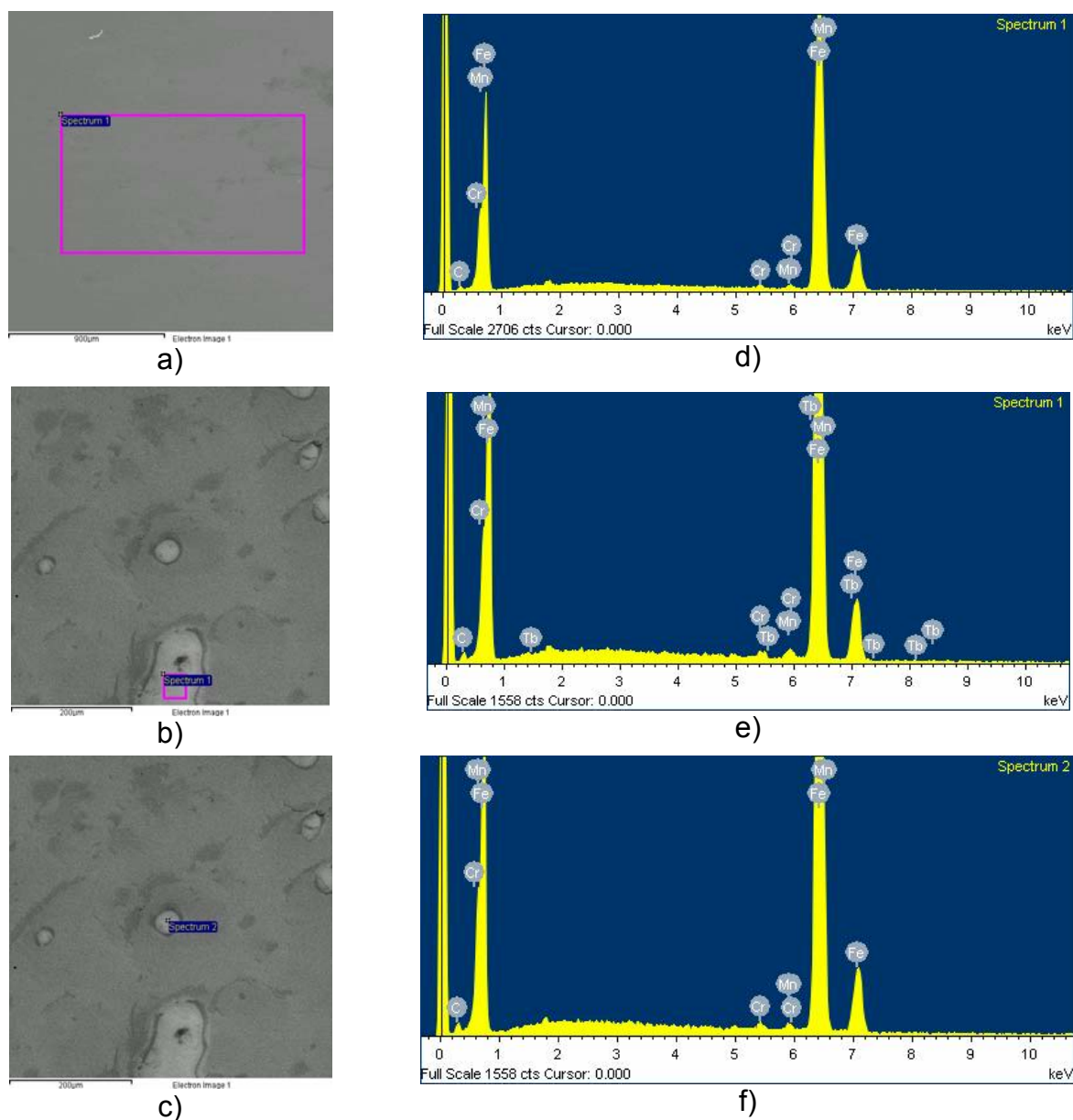
Tijekom pregledavanja ispitne površine etalonske pločice IN60115G scanning elektronskim mikroskopom uočene su nepravilnosti (oštećenja) kao što je prikazano na slici 5.30.



Slika 5.30: Pogreške na ispitnoj površini etalonske pločice

Slične nepravilnosti su uočene i na drugim etalonskim pločicama. Radi se o mikropukotinama koje su nastale tijekom izrade i obrade pločica. Ako prilikom utiskivanja indentor pogodi ovakvo mjesto svakako da će doći do pojave radijalnih sila na indentor što ga može oštetiti, a s druge strane ovo ima utjecaja i na vrijednost izmjerene tvrdoće. Tijekom ovih istraživanja bilo je pokušaja izvršiti mjerenje tvrdoće na takvom pronađenom mjestu, no zbog slabije mogućnosti povećanja kod sustava za očitavanje I/G-258 (koji se nalazi na etalonskom tvrdomjeru) u odnosu na scanning elektronski mikroskop to nije bilo moguće provesti.

Promatranjem površine scanning elektronskim mikroskopom uočavaju se područja po površini pločice koja su različita po izgledu (slika 5.31 b) i c). Ova područja nisu uočena na cijeloj pločici već samo na nekim dijelovima. Prva pretpostavka je bila da su to nečistoće kao posljedica rukovanja. No nakon ultrazvučnog čišćenja u kupelji nije došlo do nikakvih promjena. Stoga je provedena mikroanaliza kemijskih elemenata na jednom čistom mjestu i na dva mjesta tzv. nehomogenosti. Usporedbom spektara kemijskih elemenata prisutnih na mjestu s i bez nehomogenosti uočene su neke razlike iako nije jasno izraženo da se radi o uključinama ili nešto slično (slika 5.31 d, e i f), pa se može pretpostaviti da nije došlo do potpune homogenizacije materijala pri proizvodnji pločice. Ovo može znatno utjecati na ponovljivost rezultata mjerenja tvrdoće.

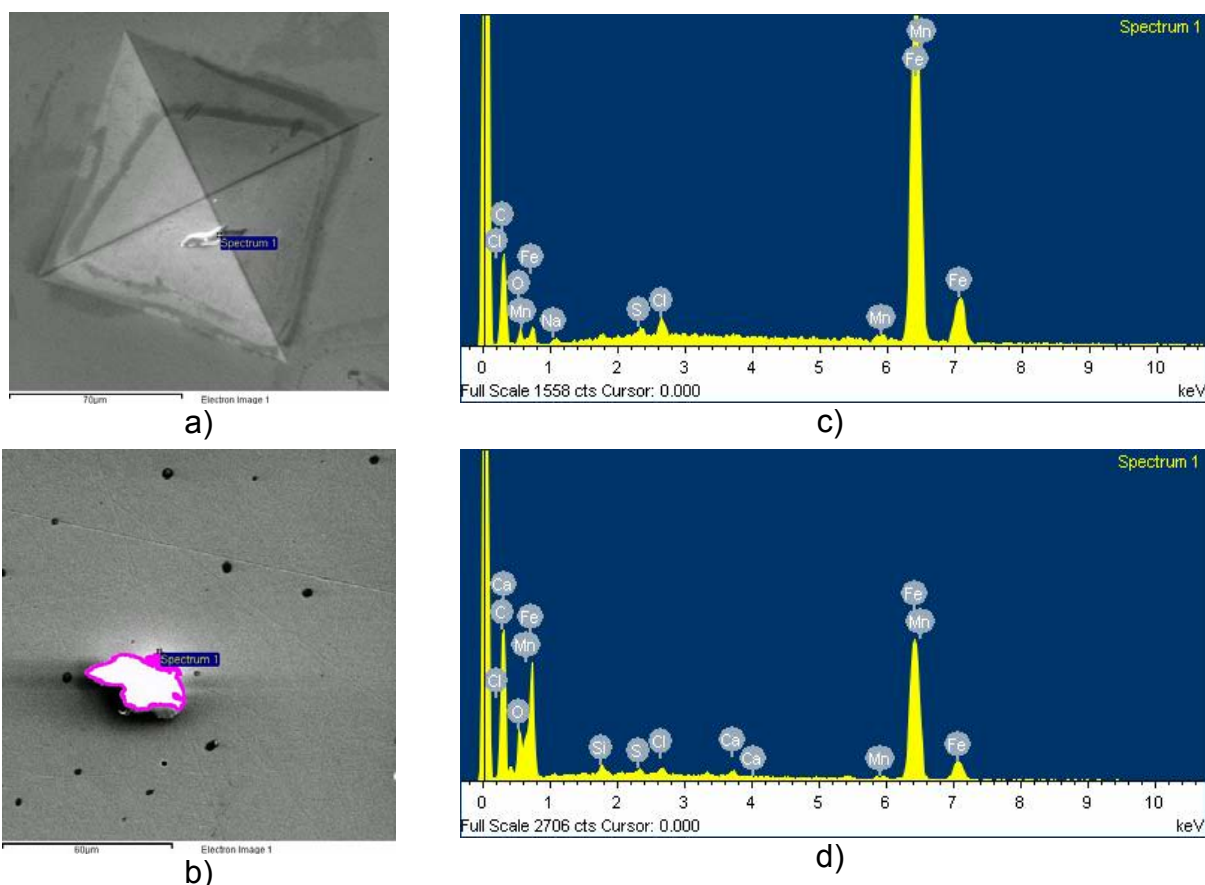


Slika 5.31: Nehomogenosti na površini etalonske pločice

- a) površina bez nehomogenosti
- b) nehomogenost br.1
- c) nehomogenost br.2
- d) spektar kemijskih elementa prisutnih na mjestu bez nehomogenosti
- e) spektar kemijskih elementa prisutnih u nehomogenosti br.1
- f) spektar kemijskih elementa prisutnih u nehomogenosti br.2

Pored ovoga uočene su određene nečistoće kao što je vidljivo na slici 5.32. No pitanje je da li su te nečistoće nastale prije ili poslije postupka utiskivanja indentora, pogotovo one koje se nalaze u samom otisku. Osim toga, upitno je da li iste dolaze iz okoliša na etalonsku pločicu ili su možda nastale na indentoru (naljepci od predhodnog ispitivanja) te su uslijed sila trenja ostale unutar otiska. Ukoliko se radi o nečistoćama iz okolišnih uvjeta, s obzirom na primjenjene sile opterećivanja, ovo nema značajne

utjecaje na rezultate, što su i zaključci pojedinih istraživača u radovima i literaturi ([50], [55]). No kod mjerenja mikrotvrdoća ovo bi svakako trebalo uzeti u obzir. Nečistoće koje su proizvod naljepljivanja materijala na stranice indentora mogu imati dalekosežne posljedice na rezultate mjerenja. Analiza kemijskih elemenata tih nečistoća (slika 5.32 c) i d) upućuje na to da se radi o produktima koji su nastali reakcijama ispitne površine s okolišnom atmosferom. Nažalost ove pojave nije moguće izbjeći jer tijekom mjerenja rukujemo etalonskim pločicama te ih nije moguće izolirati od okolišnih utjecaja pogotovo pri mjerenjima u različitim prostorima.



Slika 5.32: Nečistoće na etalonskoj pločici

- a) nečistoća unutar otiska
- b) nečistoća na površini etalonske pločice
- c) spektar kemijskih elemenata prisutnih kod nečistoće unutar otiska
- d) spektar kemijskih elemenata prisutnih na površini etalonske pločice

S obzirom da je težište ove disertacije na analizi nesigurnosti mjerenja etalonskog tvrdomjera, nije se dublje ulazilo u problematiku etalonskih pločica jer to zahtijeva puno veći opseg istraživanja, a time se ulazi u područje referentnih materijala. Cilj ovih istraživanja je bio samo ukazati na nesigurnosti koje mogu proizaći iz materijala i izrade etalonskih pločica te moguća primjena scanning elektronske mikroskopije u istraživanjima takovih nesigurnosti.

6. ANALIZA REZULTATA ISTRAŽIVANJA

U eksperimentalnom dijelu ovog rada provedena su istraživanja u cilju utvrđivanja utjecajnih veličina na nesigurnost mjerenja sustava za opterećivanje i sustava za očitavanje veličine otiska kao zasebnih cjelina. Kvantificiranjem nesigurnosti svakog zasebnog sustava, te pojedinih utjecajnih veličina koje djeluju na njih, moguće je analizirati kako isti djeluju na ukupnu mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera odnosno na nesigurnost na njemu izmjerene tvrdoće kao nove fizikalne veličine. Analizom rezultata ispitivanja sustava za opterećivanje i sustava za očitavanje veličine otiska utvrđene su njihove mjerne sposobnosti za mjerne veličine sila i duljine. Kroz analizu rezultata indirektna metoda umjeravanja primarnim etalonskim pločicama određena je mjerna sposobnost etalonskog tvrdomjera kao jedne cjeline za fizikalnu veličinu tvrdoće. Primjenom određenih korekcija pojedinih veličina, koje su kvantificirane eksperimentalnim istraživanjima, te izmjenama i/ili dopunama modela za procjenu i proračun mjernih nesigurnosti analizirani su pojedini utjecaji na proširenu mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera. Dobivenim rezultatima interkomparacijskih mjerenja, te njihovom analizom, moći će se potvrditi ili negirati određeni zaključci proizašli iz predhodnih analiza ali isto tako dobiti i određene smjernice za buduća istraživanja.

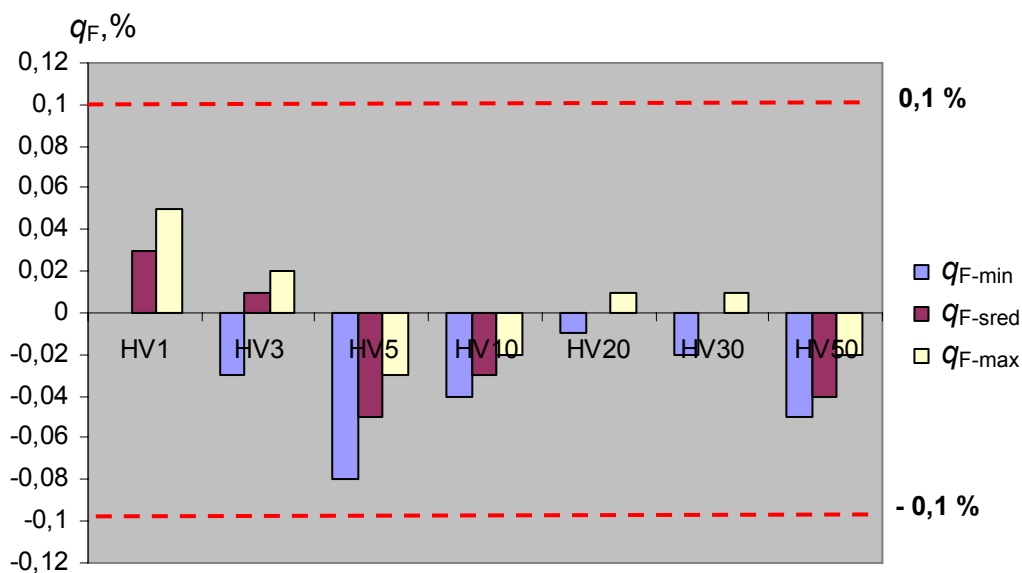
6.1 Analiza sustava opterećivanja

6.1.1 Analiza sila opterećivanja

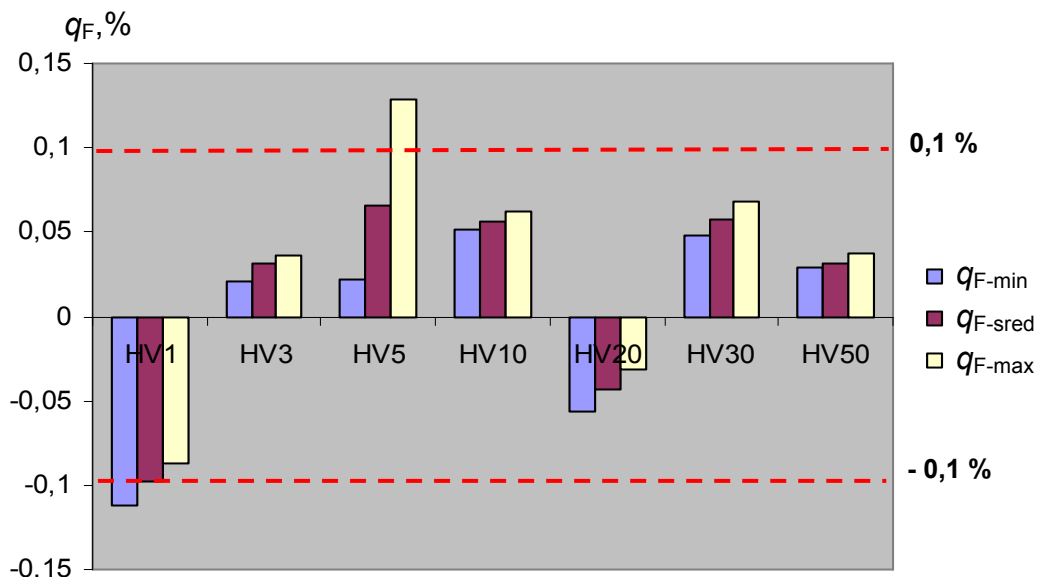
Polazeći od opće definicije, tvrdoća je otpornost materijala prema prodiranju drugog znatnije tvrdjeg tijela, pa preko općeg izraza za mjerenje tvrdoće po metodi

Vickers (izraz 2.6) može se pretpostaviti da sila opterećivanja može imati jako veliki utjecaj na rezultate mjerenja tvrdoće te time i na vrijednost mjerne nesigurnosti istih.

Na temelju preliminarnih ispitivanja sila opterećivanja na sustavu 5030TKV, koja su provedena u INDENTEC-u (tablica 5.1) i LIMS-u (tablica 5.3), izvršena je analiza minimalnih, srednjih i maksimalnih vrijednosti sila te njihovih odstupanja od normom utvrđenih vrijednosti opterećenja. Na slikama 6.1 i 6.2 dan je dijagramski prikaz odstupanja sila opterećivanja (q_F).



Slika 6.1: Odstupanja sila opterećivanja pri preliminarnim istraživanjima u INDENTEC-u



Slika 6.2: Odstupanja sila opterećivanja pri preliminarnim istraživanjima u LIMS-u

Analizom dijagrama odstupanja q_F na slici 6.1 stječe se dojam da su odstupanja od normirane vrijednosti opterećenja minimalna. No, nakon postavljanja ostale opreme i

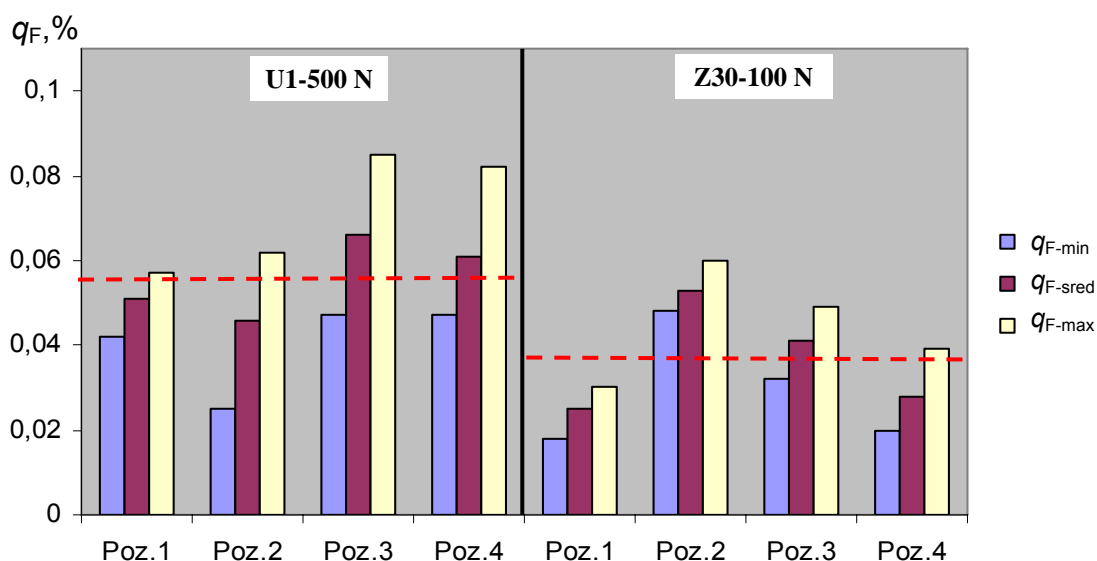
preseljenja etalonskog tvrdomjera na lokaciju u LIMS-u došlo je do pogoršanja tih vrijednosti na pojedinim opterećenjima. Promatrajući samo srednju vrijednost odstupanja, nameće se zaključak da je odstupanje sila unutar granica koje propisuje norma DIN EN ISO 6507-3. No da li je dovoljno uzeti u obzir samo srednju vrijednost odstupanja, pogotovo kada se zna da nesigurnost sila opterećivanja poslije ne ulazi u proračun nesigurnosti mjerenja tvrdoće?

Kroz ova preliminarna ispitivanja sila opterećivanja uočeni su određeni nedostaci kod načina ispitivanja te kod procjene i proračuna mjernih nesigurnosti. U oba slučaja proširena nesigurnost mjerenja sila opterećivanja je oko 0,12 % (tablice 5.1 i 5.3) što je praktično jednako proširenoj mjernoj nesigurnosti prijenosnih etalona sile. Iako su bili klase 00, sukladno normi DIN EN ISO 376, njihova najbolja mjerna sposobnost je iznosila 0,12 % što proizlazi iz njihovog umjeravanja kroz niz od deset točaka u mjernom području od 10 % do 100 % nazivne sile. Umjeravanjem ovih prijenosnih etalona sile kao posredničkih etalona sile, na točno definiranim mjernim točkama koje odgovaraju zahtijevanim opterećenjima, postižu se sasvim drugačije vrijednosti njihovih proširenih mjernih nesigurnosti (prikazano u tablici 5.4). Drugi uočeni problem je model ispitivanja sila samo na jednom položaju ispitnog stola, što ne odgovara mogućim stvarnim pozicijama tijekom mjerenja tvrdoće. Stoga su uvedena ispitivanja sila na četiri različite pozicije ispitnog stola uz primjenu dva različita posrednička etalona sile (opisano u poglavlju 5.3.3.1.1). Primjenom dva posrednička etalona različitih nazivnih sila i različite konstrukcije analizirana su odstupanja uslijed različitih načina ostvarivanja prijenosa sile s tvrdomjera na posrednički etalon sile te utjecaj mjerne sposobnosti istih na mjernu nesigurnost istraživanja sila. Ovakav model ispitivanja proveden je za sile opterećivanja kod metoda HV10 i HV50.

Na temelju rezultata iz tablica 5.5 i 5.6 s obzirom na primjenjeni posrednički etalon sile za opterećenje HV10 ustanovljene su slijedeće srednje vrijednosti sila opterećivanja:

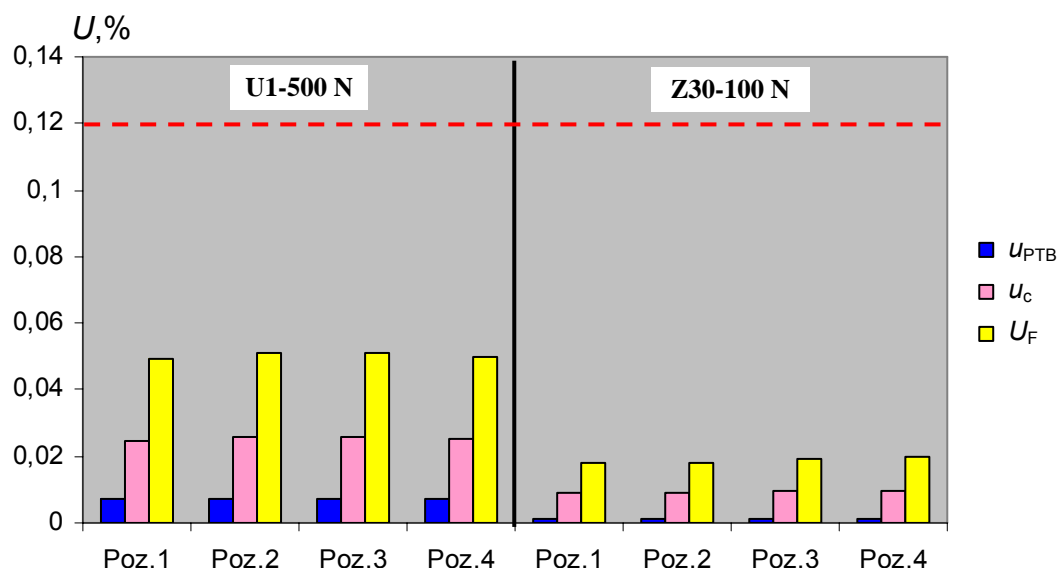
- $F_{HV10} = 98,107$ N primjenom etalona Z30 i
- $F_{HV10} = 98,125$ N primjenom etalona U1.

Obje vrijednosti su unutar $\pm 0,1$ % odstupanja od normirane (98,07 N) i u slučaju kada se odstupanju pribroji i vrijednost proširene mjerne nesigurnosti. Da bi se mogli donijeti konkretniji zaključci potrebno je provesti analizu odstupanja sila te analizu mjernih nesigurnosti ispitivanja sila. Analiza odstupanja je prikazana dijagramski na slici 6.3 a analiza mjernih nesigurnosti na slici 6.4. U prvom dijelu dijagrama prikazana su odstupanja sila dobivena umjeravanjem posredničkim etalonom U1 nazivne sile 500 N a u drugom dijelu umjeravanjem posredničkim etalonom Z30 nazivne sile 100 N. To znači da su mjerenja sila provedena na mjernoj točki 20 % nazivne sile za etalon U1 i 100 % nazivne sile kod etalona Z30. Iz dijagramskog prikaza jasno je da kod primjene etalona U1 dolazi do većeg rasipanja vrijednosti sila ali i povećanja odstupanja pri povećanju udaljenosti između indentora i ispitnog stola ili pri rotaciji etalona kod svakog mjerenja.



Slika 6.3: Odstupanja sila opterećivanja za metodu HV10 primjenom novog modela provjere sila

Ako se uzme srednja vrijednost \bar{q}_F za sve četiri pozicije, što je prikazano na dijagramima isprekidanom crvenom linijom, uočljivo je da je ona nešto viša primjenom posredničkog etalona U1. Razlog tomu moguće je objasniti raspodjelom mjernih nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja prikazanih na slici 6.4. Uspoređujući vrijednosti nesigurnosti u_{PTB} , što predstavlja nesigurnost umjeravanja u primarnim etalonima sile u PTB-u, jasno je da etalon nazivne sile 100 N ima bolju mjernu sposobnost što izravno utječe na odstupanje i nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja HV10. Isti trend je i kod standardne nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja (u_c).

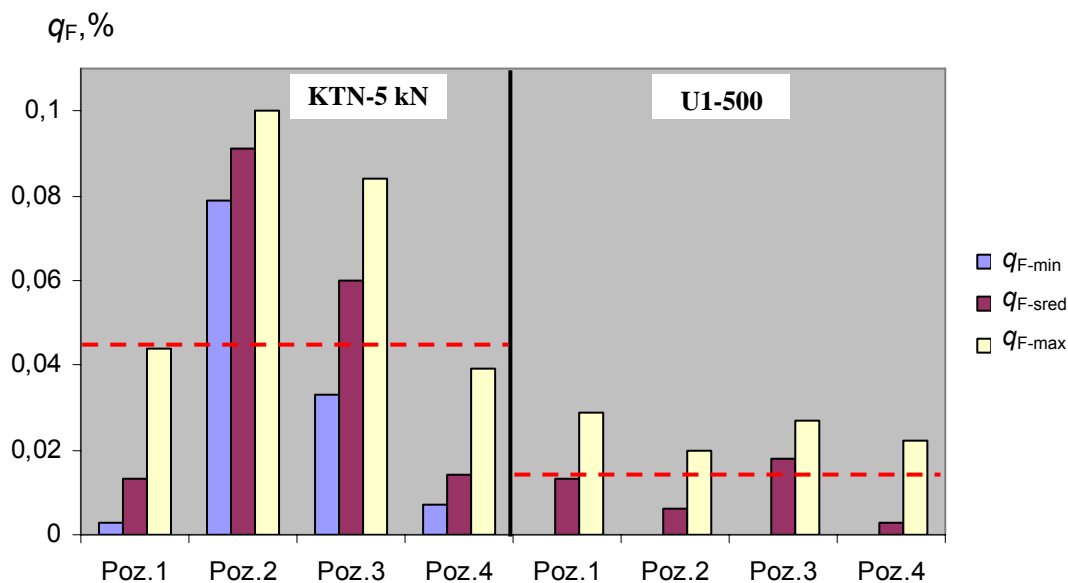


Slika 6.4: Udjeli pojedinih mjernih nesigurnosti pri umjeravanju sila za metodu HV10 primjenom različitih etalona sile i novog modela umjeravanja

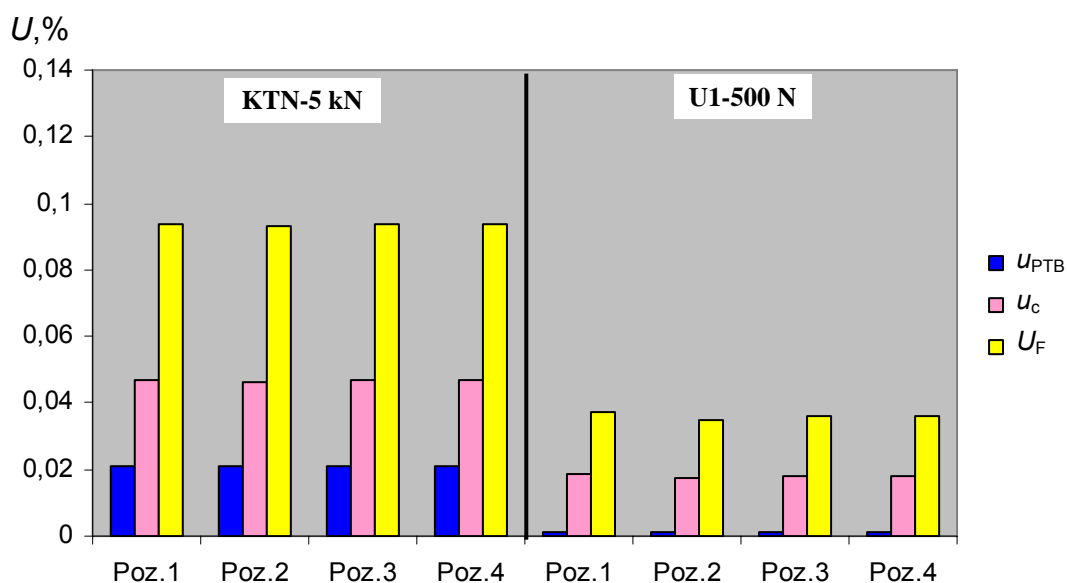
S obzirom na mjernu nesigurnost iz preliminarnih umjeravanja u INDENTEC-u a i u LIMS-u, koja je iznosila 0,12 %, uvođenjem etalona sile umjerenih kao posredničkih

etalona s točno ciljanim silama, proširena mjerna nesigurnost je pala na $\approx 0,05$ % za etalon U1 te na $\approx 0,02$ % za Z30.

Ovaj model ispitivanja sila proveden je i za metodu HV50 a na slikama 6.5 i 6.6 su dijagramski prikazana odstupanja i mjerne nesigurnosti. Kod ovog opterećenja je uveden posrednički etalon KTN a mjerenje je provedeno na 10 % njegove nazivne sile što je još nepovoljnije nego kod metode HV10 s etalom U1-500 N. U ovom slučaju etalon U1 je primjenjen na 100 % nazivne sile. Iz dijagrama se može zaključiti da je ponašanje slično kao i kod metode HV10.



Slika 6.5: Odstupanja sila opterećivanja za metodu HV50 primjenom novog modela provjere sila



Slika 6.6: Udjeli pojedinih mjernih nesigurnosti pri umjeravanju sila za metodu HV50 primjenom različitih etalona sile i novog modela umjeravanja

Razmatranjem raspodjele nesigurnosti umjeravanja kod preliminarnih ispitivanja i novog modela opisanog u poglavlju 5.3.3.1.1 zabilježen je pad tih vrijednosti kod primjene novog modela procjene i proračuna. Ovdje treba naglasiti da je primjenom novog modela bolje izvršena procjena nesigurnosti za izmjerene vrijednosti sila, što će još veću važnost dobiti kod utvrđivanja stvarne vrijednosti sile za proračun vrijednosti tvrdoće.

Nakon ove analize može se zaključiti da su izmjerene vrijednosti sila na sustavu opterećivanja 5030TKV za metode HV10 i HV50 unutar zahtijevanih granica uključujući i mjernu nesigurnost umjeravanja. No pri ovoj analizi zapaženi su određeni utjecajni faktori na postupak umjeravanja sila opterećivanja. Jedan od jako bitnih utjecaja je mjerna sposobnost etalona sile kojim se provodi umjeravanje. Ovdje se postavlja pitanje da li prijenosni etaloni klase 00 sukladno normi EN ISO 376 mogu zadovoljiti zahtjeve za postizavanje odstupanja sile od $\pm 0,1\%$. Iz usporedbe preliminarnih modela i novog modela ispitivanja sila jasno je da to mogu zadovoljiti jedino posrednički etaloni sile s mjernom sposobnošću $\leq 0,05\%$. Osim ovog utjecaja pojavljuje se i problem konstrukcijskog rješenja sustava opterećivanja, gdje treba procijeniti koji su sve to utjecaji te kako izvršiti njihovu kvantifikaciju. Primjenom novog modela izvršena je bolja analiza sila opterećivanja. Osim ovoga, primjenom starog (normom opisanog) modela procjene i proračuna mjernih nesigurnosti nisu obrađeni svi izvori nesigurnosti, što je kod novog modela uzeto u obzir. Isto tako, iz analize je jasno vidljivo da se djelovanjem na neke izvore postiže snižavanje mjernih nesigurnosti sila opterećivanja. Iz svega ovog proizlazi da primjena ovog novog modela mjerenja sila opterećivanja i procjene proračuna mjerenih nesigurnosti omogućava utvrđivanje stvarnih vrijednosti sila opterećivanja.

Isti ovaj model istraživanja sila opterećivanja primjenjen je i za ostala opterećenja etalonskog tvrdomjera. Zbog nedostatka posredničkih etalona različitih nazivnih sila, za ostala opterećenja provedeno je umjeravanje samo s jednim etalonom. U tablici 6.1 su prikazane vrijednosti sila, odstupanja, ponovljivosti i proširenih mjernih nesigurnosti za sva opterećenja etalonskog tvrdomjera, dok su kompletni rezultati i njihova obrada prikazani u prilogu P-1.

Tablica 6.1: Rezultati umjeravanja ostalih opterećenja primjenom novih modela ispitivanja i procjene mjerne nesigurnosti

HV	Nazivno opterećenje F , N	Srednja vrijdnost X_{sr} , mV/V	Srednja vrijednost F_{sr} , N	Odstupanje q_{sr-max} , %	Ponovljivost b_{max} , %	Odstupanje q_{Fn} , %	Proširena mjerna nesigurnost U_{F-max} , %
HV1	9,807	0,19641	9,817	0,143	0,015	0,102	0,061
HV3	29,42	0,58884	29,431	0,049	0,027	0,038	0,049
HV5	49,03	0,98137	49,049	0,070	0,092	0,039	0,067
HV20	196,1	0,80045	196,198	0,089	0,056	0,050	0,052
HV30	294,2	1,20119	294,410	0,098	0,065	0,071	0,053
HV50	490,3	2,00053	490,350	0,029	0,051	0,010	0,037

Treba napomenuti da su za vrijednosti sila za pojedino opterećenje dane srednje vrijednosti (F_{sr}) za sve četiri pozicije mjerenja, a proširena mjerna nesigurnost kao

najveća vrijednost od sve četiri pozicije mjerenja. Odstupanje q_{sr-max} je odstupanje srednje vrijednosti izmjerenih sila za jedan položaj a q_{Fn} je odstupanje srednje vrijednosti sila za sva četiri položaja. Ova dva odstupanja se praktično preklapaju najvećim svojim dijelom. Za sva opterećenja odstupanja su znatno ispod granične vrijednosti (0,1 %) osim za HV1. Ovu vrijednost treba uzeti s rezervom jer je na toj sili (9,807 N) primjenjen posrednički etalon u mjernom području od 10% nazivne sile što svakako izaziva pogrešku a koja je dokazana kroz analizu sila kod opterećenja za metode HV10 i HV50. No, zbog nemogućnosti primjene drugog posredničkog etalona mjerenja sila opterećivanja metode HV1 su morala biti tako provedena.

Prema literaturnim podacima trenutno najbolja dostignuta proširena mjerna nesigurnost sustava sile, koji opterećenje ostvaruju utezima preko polužnog mehanizma, iznosi oko 0,01 %. S obzirom da je isti mehanizam opterećivanja primjenjen i kod referentnog etalona tvrdoće 5030TKV, dobivene vrijednosti nesigurnosti (koje su približno $\leq 0,07$ %) ukazuju da su gravimetrijska mjerenja korektno provedena te da su na temelju njih proračunate odgovarajuće mase utega.

Razmatrajući dobivene rezultate odstupanja sile opterećenja (tablica 6.1) i niske vrijednosti procijenjenih i proračunatih nesigurnosti provedena je korekcija sila opterećivanja. Na primjer kod opterećenja HV10, gdje su mjerenja s oba posrednička etalona sile pokazala da je sila nešto veća od vrijednosti 98,07 N, izvršena je korekcija sile te je stvarnom vrijednošću proglašena vrijednost $F_{HV10} = 98,107$ N. Razmatrajući izraze 3.5 i 3.6 vidljivo je da se dvije komponente ovih izraza mogu zamijeniti točnijim vrijednostima a to su:

- sila $F_{HV10} = 98,107$ N i
- ubrzanje sile teže $g = 9,80663337$ ms⁻².

Slijedom toga dobiva se modificirani izraz za tvrdoću:

$$HV = \frac{1}{g_n} \frac{2 F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = \frac{1}{9,80663337} \frac{2 \times F \times \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,189093 \frac{F}{d^2} \quad (6.1)$$

odnosno za HV10 slijedi izraz:

$$HV = \frac{k_F}{d^2} \quad (6.2)$$

gdje je $k_F = 18,5514$.

Ovaj izraz se koristi pri izračunu vrijednosti tvrdoće HV10 te na temelju toga procijenjuje koliki je utjecaj sila opterećivanja na rezultate mjerenja tvrdoće, a time i koje su opravdane granice u poboljšavanju sustava za opterećivanje pri razdvajanju istog od sustava za očitavanje veličine otiska. Za ostala opterećenja primjenjen je isti model, te su u tablici 6.2 prikazane vrijednosti faktora k_F za standardni i modificirani izračun vrijednosti tvrdoće. Pri provedbi indirektna metode umjeravanja etalonskog tvrdomjera primjenjeni su i standardni i modificirani izrazi za izračun vrijednosti tvrdoće.

Tablica 6.2: Usporedba utjecaja sila opterećivanja na izračun vrijednosti tvrdoće

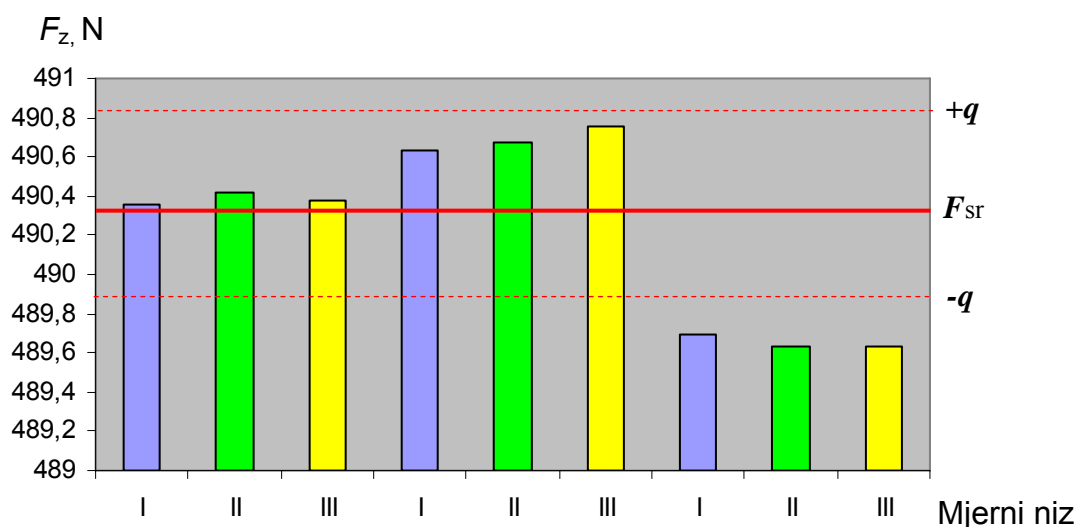
HV	Standardno nazivno opterećenje F , N	Modificirana vrijednost opterećenja F_{mod} , N	Standardni faktor $k_{F\text{-stan}}$	Modificirani faktor $k_{F\text{-mod}}$	Razlika faktora %
HV1	9,807	9,817	1,8545	1,8563	0,098
HV3	29,42	29,431	5,5633	5,5652	0,034
HV5	49,03	49,049	9,2716	9,2748	0,035
HV10	98,07	98,107	18,5450	18,5514	0,034
HV20	196,1	196,198	37,0825	37,0997	0,046
HV30	294,2	294,410	55,6332	55,6710	0,068
HV50	490,3	490,350	92,7157	92,7219	0,007

S obzirom na razvoj prijenosnih etalona sile u zadnjih par godina, omogućeno je istovremeno mjerenje aksijalnih i radijalnih sila. Jedno takvo istraživanje je provedeno i u ovom radu. Kako se radi o tehnici koja nije još u potpunosti mjeriteljski potvrđena kroz umjeravanja na etalonskim mjerilima sile, ova ispitivanja su prvenstveno usmjerena u pogledu mogućnosti budućih istraživanja. Ispitivanja sila opterećivanja u radijalnom smjeru na indenter pokazala su određene manjkavosti sustava opterećivanja što utječe na ukupnu mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera. U tablici 6.3 su prikazane vrijednosti aksijalnih i radijalnih sila te njihova ponovljivost pri provedenim mjerenjima opisanim u poglavlju 5.3.1.2.5.

Tablica 6.3: Vrijednosti sila te njihova ponovljivost po z, x i y osi

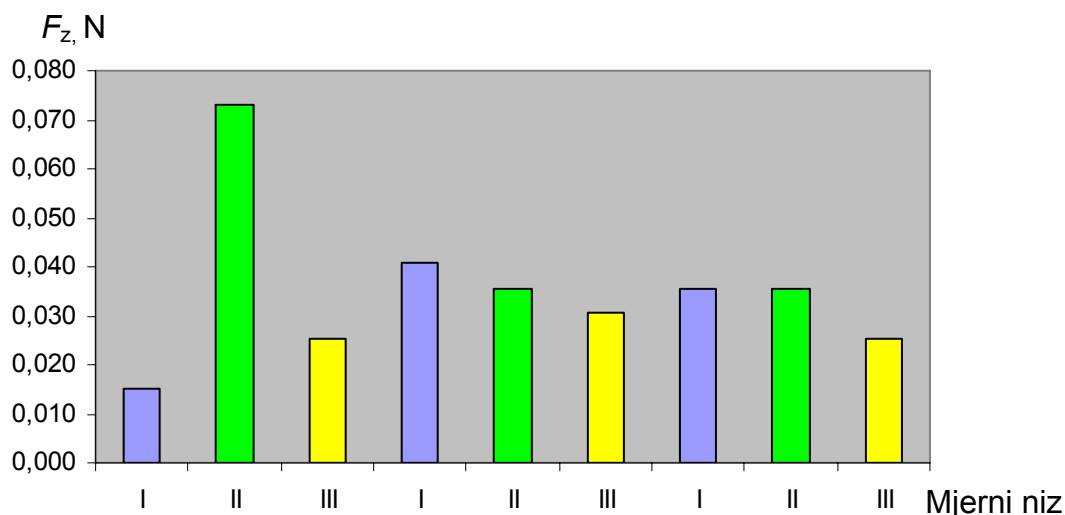
Etalonska pločica	Serijska	$F_{z\text{-sred}}$ N	$F_{x\text{-sred}}$ N	$F_{y\text{-sred}}$ N	b_z %	b_x %	b_y %
IN40219G	I	490,3543	23,624	-3,712	0,015	1,274	8,108
	II	490,4206	22,775	-3,403	0,073	5,374	13,958
	III	490,3743	22,910	-3,303	0,025	0,873	8,326
IN6087G	I	490,6340	1,514	-2,353	0,041	11,559	29,702
	II	490,6690	1,799	-2,024	0,036	15,286	34,539
	III	490,7589	0,994	-2,179	0,031	12,072	21,755
WERKO-V252724	I	489,6900	2,883	8,334	0,036	18,210	8,087
	II	489,6350	2,758	8,060	0,036	28,938	7,134
	III	489,6350	2,948	8,460	0,026	19,505	6,194

Analiza vrijednosti aksijalnih sila (slika 6.7), gdje su crvenim linijama prikazane dozvoljena odstupanja od stvarne vrijednosti, pokazuje da su kod etalonskih pločica IN40219G i IN6087G te vrijednosti korektne. No kod hrapavije etalonske pločice WERKO-V252724 došlo je do pada vrijednosti aksijalne sile.



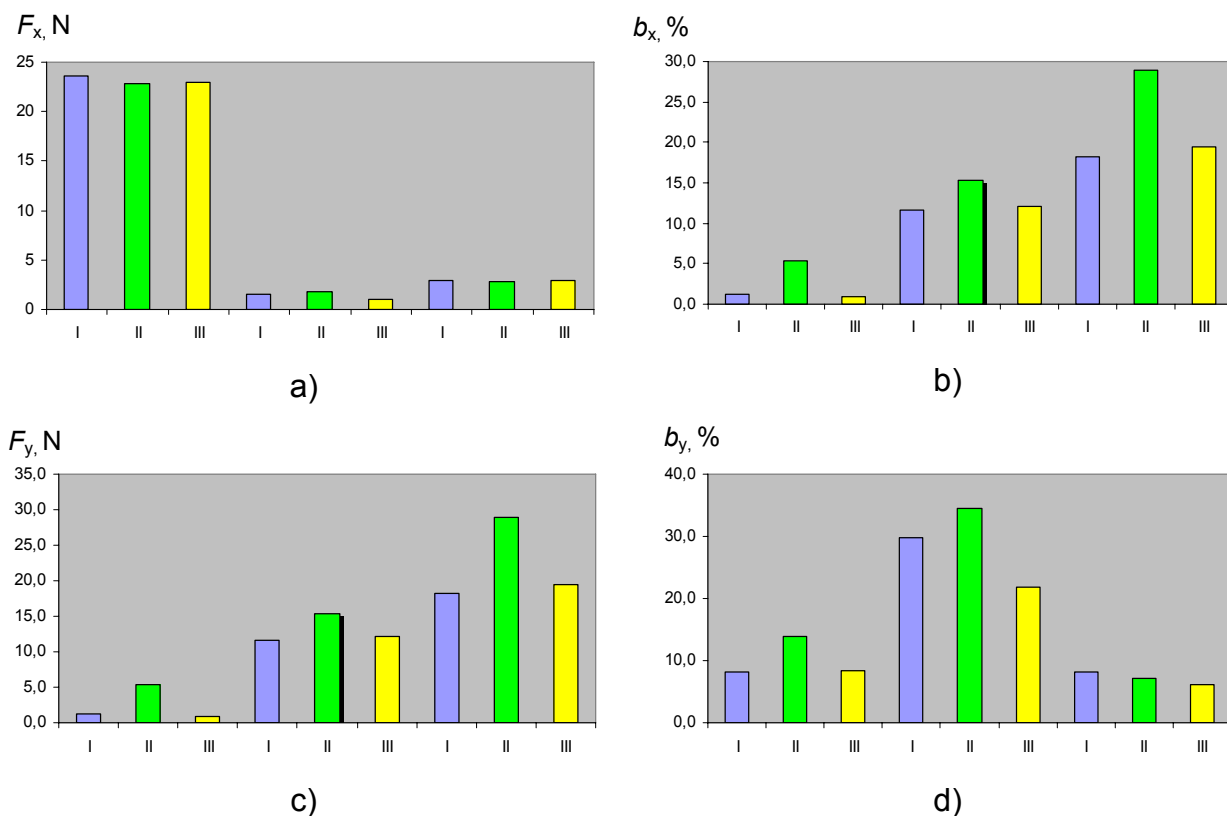
Slika 6.7: Dijagramski prikaz rasipanja srednjih vrijednosti aksijalnih sila sustava 5030TKV

Također, uočljiva je nešto slabija ponovljivost u seriji II kada je pločica svaki put odvajana od ispitnog stola (slika 6.8). U prilog ovom ide i činjenica, koja je još u eksperimentalnom dijelu opisana, da tek nakon trećeg mjerenja sile ista poprima konstantniju vrijednost. Ovaj problem je više izražen kod nižih opterećenja a nastaje praktično zbog stvaranja zračnog jastuka između etalonske pločice i površine ispitnog stola.



Slika 6.8: Ponovljivost mjerenja aksijalnih sila sustava 5030TKV

Razmatrajući radijalne komponente sila te njihov udio, mogu se donijeti određeni zaključci. Ovdje treba naglasiti da je etalon sile (dinamometar nazivne sile 5 kN) bio primjenjen u mjernom području od 10 % nazivne sile, što svakako nije najbolje rješenje ali pošto nije bilo drugog izbora treba ga kao takvog prihvatiti. Isto tako, zbog nemogućnosti umjeravanja radijalnih sila kod ovog dinamometra, rezultati ispitivanja su više kvalitativnog karaktera. Na slici 6.9 su prikazane vrijednosti i ponovljivosti radijalnih sila za pojedine etalonske pločice.



Slika 6.9: Dijagramski prikaz srednjih vrijednosti i ponovljivosti radijalnih sila sustava 5030TKV

- a) vrijednosti sila u smjeru osi x
- b) ponovljivost sila u smjeru osi x
- c) vrijednosti sila u smjeru osi y
- d) ponovljivost sila u smjeru osi y

Kako u literaturi nisu pronađeni radovi s ovakvim istraživanjima, što je i razumljivo obzirom da je tek u posljednjih par godina došlo do razvoja višekomponentnih dinamometara, teško je dati usporedbu i konačnu prosudbu o ovim rezultatima. Kod etalonske pločice IN40219G, pri provedbi interkomparacijskih mjerenja, zabilježeno je povećano širenje deformacije u jednom smjeru u odnosu na drugi. To bi se moglo dovesti u vezu s povećanom radijalnom silom F_x (slika 6.9 a). Kod pločice WERKO-V252724 je vidljivo znatno povećanje radijalne sile F_y (slika 6.9 c) ali i znatno povećanje vrijednosti ponovljivosti kod radijalne sile F_x (slika 6.9 b). Ako se tome doda i pad vrijednosti aksijalne sile može se konstatirati da hrapavost površine utječe na vrijednosti sila opterećivanja koja se preko indentora prenosi na ispitni uzorak. Može se postaviti pitanje što je uzrok tomu jer polužni sustav i utezi daju konstantnu silu opterećivanja. Problem je kontaktna površina između etalonske pločice i podloge ispitnog stola. Kod ovih istraživanja uočen je problem postavljanja dinamometra (slika 5.12). Kvalitetnije bi se mogla provesti mjerenja ugradnjom dinamometra u samu konstrukciju sustava opterećivanja.

Primjena višekomponentnih dinamometara u istraživanju sila opterećivanja etalonskih tvrdomjera ukazuje na određene probleme kod sustava opterećivanja te omogućuje istraživanje pojedinih utjecaja i njihovu procjenu. Ovakva istraživanja

tema su budućih znanstvenih prosudbi o utjecajnim veličinama na sustav opterećivanja etalonskih tvrdomjera.

Model ispitivanja sila opterećivanja u više pozicija ispitnog stola i primjena višekomponentnih dinamometara pri mjerenjima je svakako prihvatljivije jer može obuhvatiti većinu utjecajnih faktora na sile opterećivanja uslijed konstrukcije sustava za opterećivanje. Isto tako primjena novog modela za procjenu i proračun mjernih nesigurnosti sila opterećivanja, koji je opisan u poglavlju 5.3.1.2.1, potpunije obuhvaća nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja nego prethodni opisan u poglavlju 4.3.2.1. Osnovna zamjerka na stari model je što u procjeni uzima u obzir samo nesigurnost umjeravanja prijenosnog etalona sile te nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja. Nesigurnost umjeravanja prijenosnog etalona proizašla je iz njegovog umjeravanja i dodatnih utjecaja pri umjeravanju sila opterećivanja. Pored toga stari model zahtijeva prijenosni etalon klase 00 čija proširena mjerna nesigurnost iznosi $\leq 0,12\%$. Iz prethodne analize je vidljivo da prijenosni etaloni s ovom mjernom sposobnošću ne mogu potpuno definirati nesigurnost sila opterećivanja kod referentih ili primarnih etalona tvrdoće. Procjena nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja koja se temelji samo na relativnom standardnom odstupanju nije dostatna, te se stoga mora uzeti u obzir ponovljivost i dodatne utjecajne veličine. Primjena posredničkih etalona s proširenom mjernom nesigurnošću $\leq 0,05\%$, dodavanjem komponente odstupanja od aksijalnosti te novim modelom za procjenu i proračun nesigurnosti umjeravanja sila opterećivanja, moguće je utvrditi stvarni iznos sile opterećivanja. Ta vrijednost se može upotrijebiti u izrazu za izračun vrijednosti tvrdoće.

6.1.2 Analiza ostalih komponenti sustava opterećivanja

Od ostalih dijelova sustava opterećivanja bitne komponente koje utječu na mjernu nesigurnost mjerenja tvrdoće su:

- indenter;
- brzina opterećivanja;
- ispitni stol.

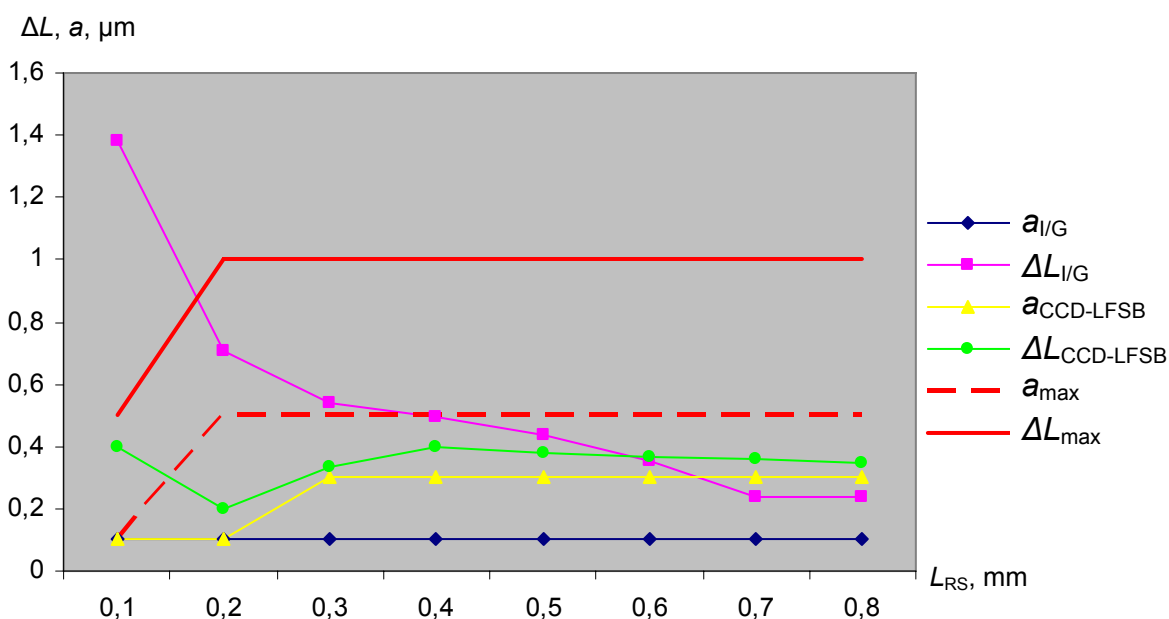
S obzirom na dostupnost opreme za provedbu ovih istraživanja nije bilo moguće provesti sva predviđena ispitivanja. Prema rezultatima ispitivanja indentora, prikazanim u tablici 5.7, zaključak je da on ispunjava sve zahtijevane uvjete propisane normom DIN EN ISO 6507-3. Isto tako na temelju ispitivanja odstupanja od ravnoće stranice indentora (slika 5.9) može se zaključiti da i nakon provedenih mjerenja nije došlo do većih promjena na indentoru koje bi izazvale ispadanje pojedinih parametara indentora izvan dopuštenih vrijednosti. Prema ispitivanjima koja su opisana u poglavlju 5.3.1.2.4 i dobivenim rezultatima, ispitni stol također ispunjava sve potrebne zahtjeve kako kontakt između njega i naliježne površine etalonske pločice ne bi utjecao na rezultate mjerenja. Iz literaturnih podataka je poznato da brzina opterećivanja utječe na nesigurnost mjerenja tvrdoće. Kako nije bilo moguće provesti istraživanja tih brzina s nesigurnošću nižom od ± 1 s prihvaćena je samo provjera tih rezultata s tom nesigurnošću. Prema poglavlju 5.3.1.2.3. te su vrijednosti u okvirima dozvoljenih granica. Treba napomenuti da su te brzine bile konstantne kod svih daljnjih ispitivanja.

6.2 Analiza sustava za očitavanje veličine otiska

U eksperimentalnim istaživanjima su korištena dva mjerna sustava za očitavanje veličine otiska:

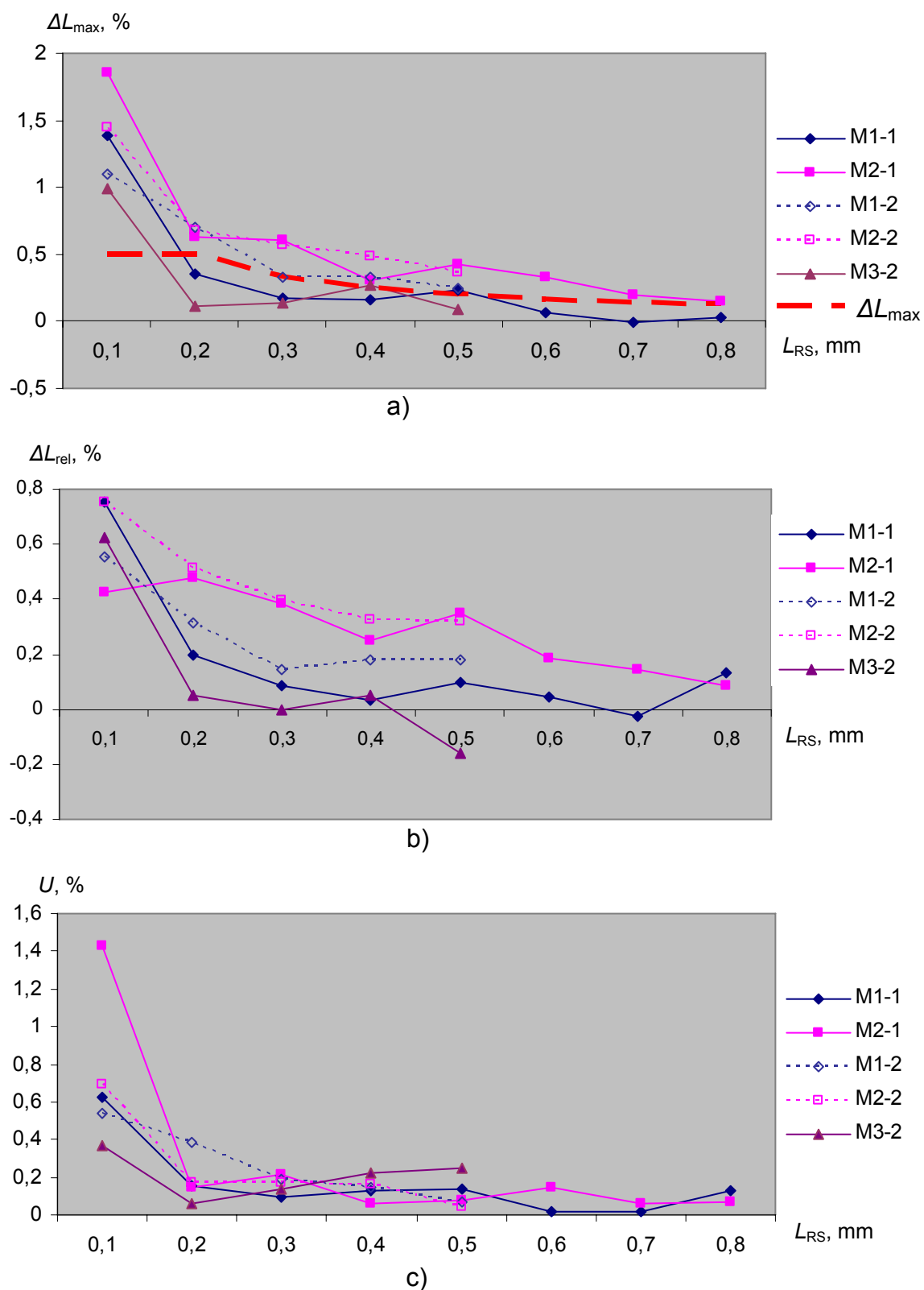
- optički mjerni mikroskop I/G-258 (sastavni dio sustava opterećivanja) i
- opto-električni sustav CCD-LFSB.

Provedena su umjeravanja oba sustava zasebno i to kao mjerila duljine. Na slici 6.10 su dijagramski prikazane vrijednosti rezolucije te maksimalnog odstupanja s uračunatom proširenom mjernom nesigurnošću za oba sustava u mjernom području od 0,1 mm do 1 mm. Promatrajući samo rezoluciju, oba sustava zadovoljavaju minimalnu propisanu granicu sukladno normi DIN EN ISO 6507-3. Maksimalno odstupanje pokazivanja s uračunatom proširenom nesigurnošću ova dva sustava se značajno razlikuju. Za opto-električni sustav CCD-LFSB ta vrijednost je maksimalno 0,2 % od L što je znatno ispod minimalno dozvoljene granice (tablica 2.7). Pri tome je potrebno napomenuti da su u proširenu nesigurnost ovog sustava uračunate nesigurnosti fokusiranja sustava i procjena duljine otiska što je opisano u poglavlju 5.4.2.



Slika 6.10: Rezolucije i maksimalno odstupanje sustava za očitavanje veličine otiska

Optički mjerni mikroskop I/G-258 pokazuje određenu nestabilnost pokazivanja. U mjernom području do 0,2 mm maksimalno dozvoljeno odstupanje je izvan dozvoljenih granica, dok u mjernom području od 0,2 mm do 0,8 mm je unutar granica. Analiziranjem postupka umjeravanja ovog sustava uviđaju se veliki utjecaji mjeritelja koji provodi umjeravanje. Na temelju provedenih umjeravanja sustava I/G-258, prikazanih u tablicama 5.10, 5.11 i 5.12, provedena je analiza njegovih maksimalnih odstupanja i mjernih nesigurnosti. Na slici 6.11 su prikazani relativni iznosi maksimalnog odstupanje mjerenja, odstupanja mjerenja te proširene mjerne nesigurnosti za slučaj umjeravanja mjeritelja MI i MII u mjernom području od 0,1 mm do 0,8 mm i umjeravanja mjeritelja MI, MII i MIII u mjernom području od 0,1 mm do 0,5 mm (sredina vidnog polja okulara).



Slika 6.11: Razlike uslijed subjektivnosti mjeritelja na mjernom sustavu I/G-258
 a) relativno maksimalno odstupanje (uključujući mjernu nesigurnost)
 b) relativno odstupanje
 c) proširena mjerna nesigurnost

Velika rasipanja vrijednosti ovih veličina uočavaju se u mjernom području do 0,2 mm dok dalje svi mjeritelji imaju približno podjednaka odstupanja. Razlog velikog rasipanja rezultata u mjernom području do 0,2 mm leži u rezoluciji optičkog mjernog mikroskopa te subjektivnosti procjene ruba otiska kod mjeritelja. Kod mjeritelja M2 se uočava sustavni pomak u odnosu na mjeritelje M1 i M3. Uzimajući maksimalno dozvoljeno odstupanje kao mjeru prihvatanja ili odbacivanja sustava za očitavanje, jasno je da postoji ovisnost o mjeritelju, što znači da ovaj sustav ne bi zadovoljio zahtijevana odstupanja u cijelom mjernom području ako na njemu radi mjeritelj M2. Vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti su po cijelom mjernom području ujednačene osim u mjernom području do 0,2 mm.

Analizirajući slike 6.10 i 6.11 nameće se pitanje da li je trenutno vrijedeća procjena i proračun mjerne nesigurnosti etalonskih tvrdomjera (sukladno normama, uputama i vodičima) opisana u poglavlju 4.3.2 adekvatna pogotovo kod sustava tipa optički mjerni mikroskopi. Iz svega ovog proizlazi da je nepohodno uključiti i nesigurnost mjeritelja pogotovo kod sustava očitavanja gdje se provodi procjena izmjerene duljine otiska. U nastavku ovog rada će se procijeniti koliki je ovaj utjecaj na same vrijednosti izmjerenih tvrdoća.

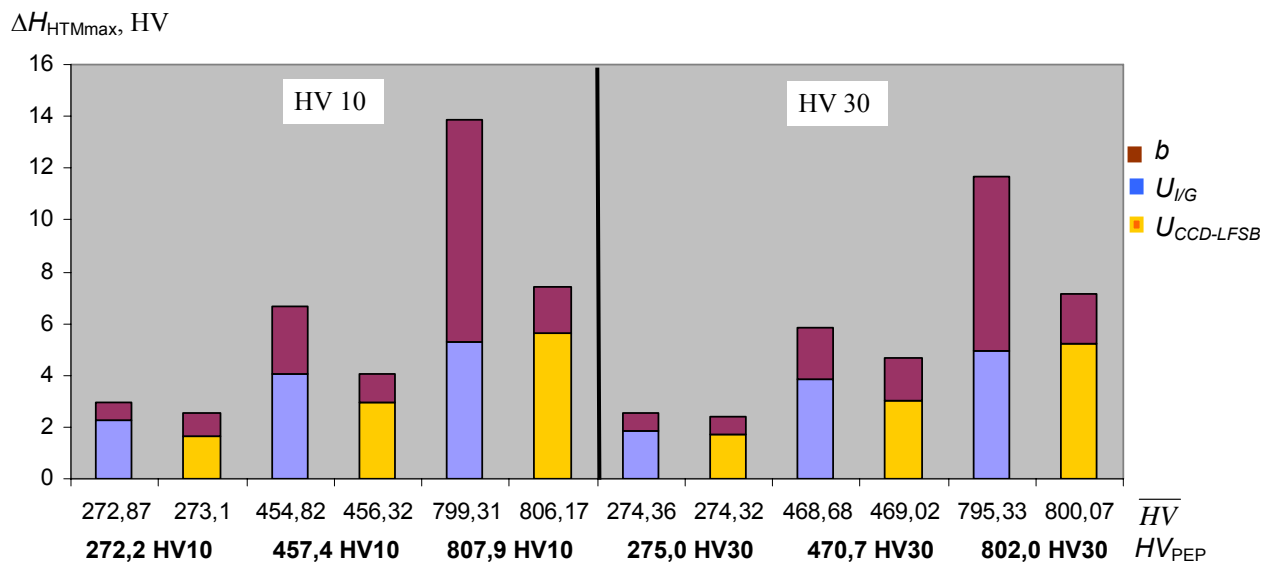
6.3 Analiza indirektne metode umjeravanja etalonskog tvrdomjera

Indirektna metoda umjeravanja etalonskog tvrdomjera 5030TKV je provedena u skladu s normom EN ISO 6507-2 samo za opterećenja HV10 i HV30. Postupak provedbe indirektnog umjeravanja prikazan je u poglavlju 5.5 dok su rezultati mjerenja te kompletan proces izračuna vrijednosti tvrdoća i mjernih nesigurnosti prikazani u tablicama 5.13, 5.14, 5.15 i tablicama u prilogu P-3. U tablici 6.4 su prikazane srednje vrijednosti izmjerenih tvrdoća, proširena mjerna nesigurnost, odstupanje i maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera.

Tablica 6.4: Rezultati umjeravanja primarnim etalonskim pločicama za metode HV10 i HV30

Primarna etalonska pločica			Pokazivanje etalonskog tvrdomjera				
	Oznaka	Tvrdoća primarne etalonske pločice HV_{PEP}	Mjerni sustav	Izmjerena vrijednost tvrdoće	Proširena mjerna nesigurnost U_{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \frac{\bar{b}}{HV} \right $	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV
				\overline{HV} HV			
HV10	IN28256G	272,2 HV10	I/G	272,87	2,29	0,67	2,96
			CCD	273,10	1,66	0,90	2,56
	IN45199G	457,4 HV10	I/G	454,82	4,08	2,58	6,67
			CCD	456,32	2,97	1,08	4,05
	IN60150G	807,9 HV10	I/G	799,31	6,49	7,39	13,88
			CCD	806,17	5,65	1,73	7,39
HV30	IN28264G	275,0 HV10	I/G	274,44	1,83	0,56	2,39
			CCD	274,52	1,76	0,48	2,24
	IN45197G	470,7 HV10	I/G	468,69	3,78	2,01	5,79
			CCD	469,20	3,03	1,50	4,53
	IN60127G	802,0 HV10	I/G	795,33	5,97	6,67	11,63
			CCD	800,07	5,20	1,93	7,13

Na slici 6.12 dijagramski su prikazani apsolutni iznosi proširene mjerne nesigurnosti, odstupanja etalonskog tvrdomjera te ukupnog maksimalnog odstupanja za metode HV10 i HV30 pri umjeravanju primarnim etalonskim pločicama uz primjenu oba sustava za očitavanje veličine otiska.

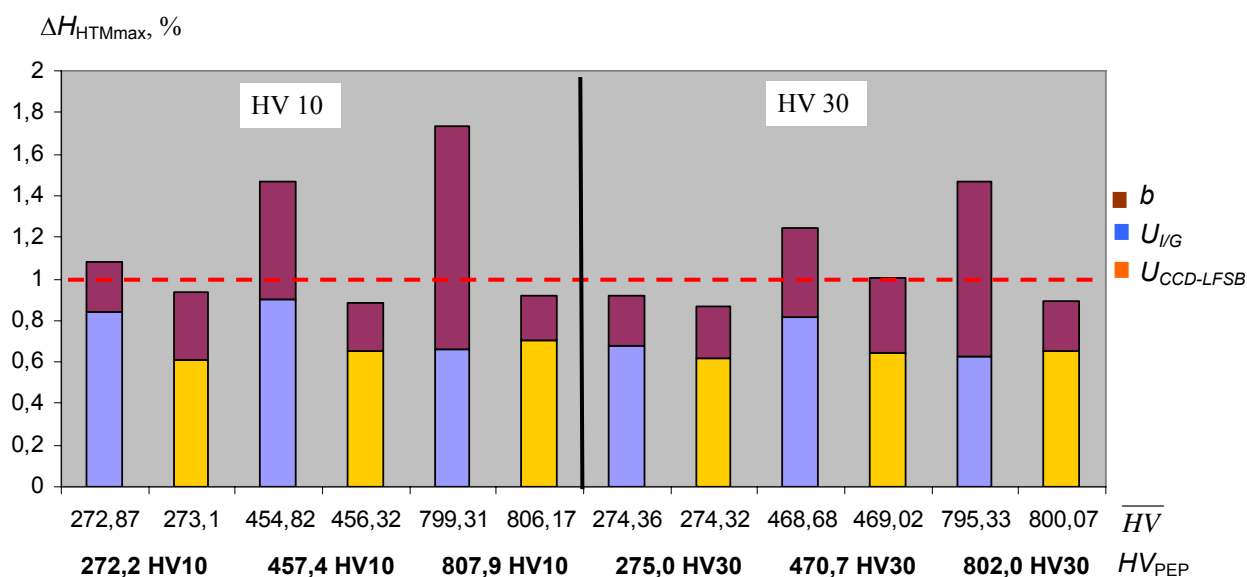


Slika 6.12: Dijagramski prikaz udjela odstupanja i proširene mjerne nesigurnosti u maksimalnom odstupanju etalonskog tvrdomjera (u apsolutnim iznosima)

Iz dijagrama se može uočiti izraženo odstupanje etalonskog tvrdomjera kod visokih vrijednosti tvrdoća pri primjeni optičkog mjernog mikroskopa I/G-258 kao sustava za očitavanje i to pogotovo kod visokih tvrdoća (oko 800 HV). Na prvi pogled nije jasan uzrok tomu, no kad se usporede vrijednosti izmjerenih dijagonala (tablica 6.5) može se dati obrazloženje. Uzrok je u nesigurnosti sustava za očitavanje u mjernom području oko i ispod 0,2 mm a vrijednosti dijagonala pri 450HV10, 800HV10 i 800HV30 upravo se nalaze u tom mjernom području. Bolji prikaz dijagrama sa slike 6.12 je u relativnim iznosima (slika 6.13).

Tablica: 6.5: Srednje vrijednosti dijagonala očitanih sustavom I/G-258 kod indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera

Tvrdoća primarnih etalonskih pločica HV10	Srednja vrijednost izmjerenih dijagonala $d_{sr-HV10}$, mm	Tvrdoća primarnih etalonskih pločica HV30	Srednja vrijednost izmjerenih dijagonala $d_{sr-HV30}$, mm
272,2 HV 10	0,26070	275,0HV30	0,45024
457,4 HV10	0,20193	470,7 HV30	0,34453
807,9 HV10	0,15232	802,0 HV30	0,26448



Slika 6.13: Dijagramski prikaz udjela odstupanja i proširene mjerne nesigurnosti u maksimalnom odstupanju etalonskog tvrdomjera (u relativnim iznosima)

Povezivanjem analize umjeravanja sustava očitavanja I/G-258 i njegovih utvrđenih odstupanja (slika 6.11 a)) s povećanim odstupanjima izmjerenih tvrdoća kada je izmjerena dijagonala otiska oko 0,2 mm direktno ukazuje na utjecaj sustava za očitavanje na mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera. Ovo se ne odražava toliko na proširenu mjernu nesigurnost što se vidi i iz dijagrama (slika 6.13) no međutim ima veliki utjecaj na maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera sukladno izrazu:

$$\Delta H_{HTM \max} = |b| + U_{HTM} \quad (6.3)$$

Prema tome izmjerena vrijednost na etalonskom tvrdomjeru bi se izražavala prema izrazu:

$$HV = \overline{HV} \pm \Delta H_{HTM \max} \quad (6.4)$$

Iz analize dijagrama (slika 6.13) proizlazi zaključak da je maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera sa sustavom za očitavanje I/G-258 $\leq 1,8 \%$ dok sa sustavom CCD-LFSB približno $\leq 1,0 \%$.

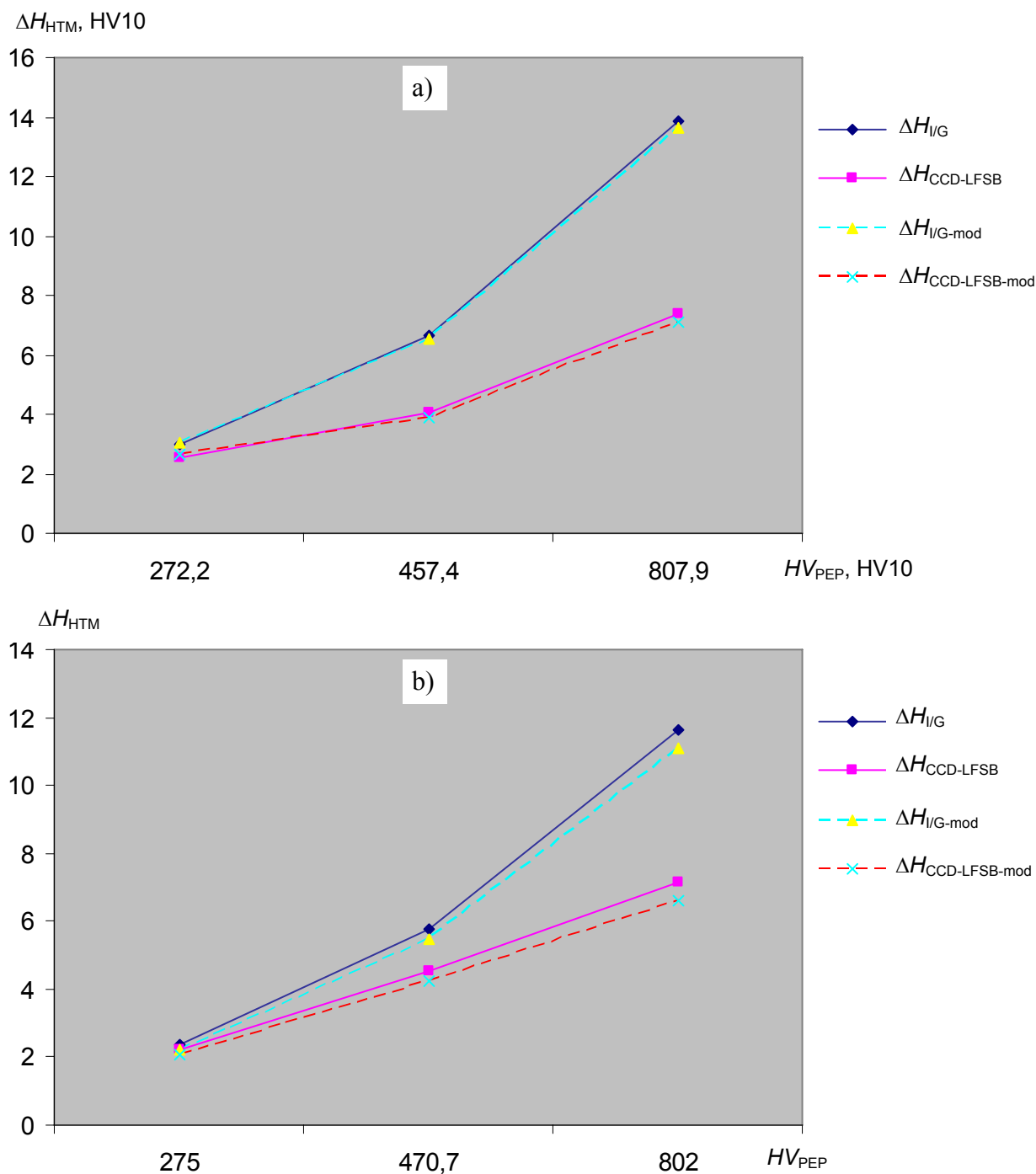
Sve provedene analize nesigurnosti etalonskog tvrdomjera pri indirektnom umjeravanju bile su posredno ili neposredno vezane za sustav očitavanja veličine otiska. No po definiciji (izraz 2.6) vrijednost izmjerene tvrdoće ovisi i o drugim parametrima koji su vezani za sustav opterećivanja. Prvenstveno se to odnosi na sile opterećivanja, jer vrijednost sila opterećivanja direktno se unosi u izraz za izračun vrijednosti tvrdoće. U poglavlju 6.1.1 analizirane su nesigurnosti sila opterećivanja i utvrđene su stvarne vrijednosti sila za pojedino opterećenje. U tablici 6.6 su prikazane srednje vrijednosti izmjerenih tvrdoća, proširena mjerna nesigurnost, odstupanje i maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ali s modificiranim

vrijednostima sile (stvarno izmjerenim, tablica 6.2) i s izmjerenom vrijednošću ubrzanja sile teže (poglavlje 5.3.2).

Tablica 6.6: Rezultati umjeravanja primarnim etalonskim pločicama za metode HV10 i HV30 s primjenjenom korekcijom sile i ubrzanja sile teže

	Primarna etalonska pločica		Pokazivanje etalonskog tvrdomjera				
	Oznaka	Tvrdoća primarne etalonske pločice HV_{PEP}	Mjerni sustav	Izmjerena vrijednost tvrdoće \overline{HV} HV	Proširena mjerna nesigurnost U_{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $ \overline{b} $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV
HV10	IN28256G	272,2 HV10	I/G	272,96	2,29	0,76	3,05
			CCD	273,19	1,66	0,99	2,65
	IN45199G	457,4 HV10	I/G	454,97	4,08	2,43	6,51
			CCD	456,48	2,97	0,92	3,89
	IN60150G	807,9HV10	I/G	799,58	6,49	7,12	13,61
			CCD	806,44	5,65	1,46	7,11
HV30	IN28264G	275,0 HV30	I/G	274,63	1,83	0,37	2,20
			CCD	274,71	1,76	0,29	2,05
	IN45197G	470,7 HV30	I/G	469,01	3,79	1,69	5,48
			CCD	469,51	3,03	1,19	4,22
	IN60127G	802,0 HV30	I/G	795,87	6,27	4,83	11,10
			CCD	800,61	5,20	1,39	6,59

Usporedba rezultata izračunatih vrijednosti tvrdoća, proširene mjerne nesigurnosti mjerenja te odstupanja tvrdomjera dobivenih s vrijednostima sila opterećivanja koje su normom definirane (tablica 6.4) i sa stvarnim izmjerenim vrijednostima (tablica 6.6) ukazuje na određene promjene navedenih parametara. Srednje vrijednosti tvrdoća su nešto više kod izračuna sa stvarnim silama i to za $\approx 0,1$ HV kod najnižih do $\approx 0,5$ HV kod najviših vrijednosti tvrdoće. Ista takva razlika uočava se i kod vrijednosti odstupanja b . Korekcija sile i ubrzanja sile teže u izračunu tvrdoće se ne odražava na vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti umjeravanja primarnim etalonskim pločicama. S obzirom na izraze 6.3 i 6.4 primjena stvarnih vrijednosti utječe i na maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera što je prikazano dijagramima na slici 6.14. Iz dijagrama je vidljivo da kod opterećenja HV10 na prvoj točki je došlo do povećanja maksimalnog odstupanja dok kod svih ostalih te uključujući i opterećenje HV30 ta vrijednost je niža. U svakom slučaju korekcija sila opterećenja i ubrzanja zemljine sile teže na stvarnu izmjerenu vrijednost su dovele do smanjenja maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera. Kvantitativno to nisu veliki pomaci do približno 0,5 HV ali u cilju snižavanja nesigurnosti mjerenja svakako je velik korak. Ovo dovodi do jednog općenitog zaključka da svaka promjena opterećenja, pa i ona unutar propisanog maksimalnog dozvoljenog odstupanja od 0,1 % F , utječe na vrijednost izmjerene tvrdoće.

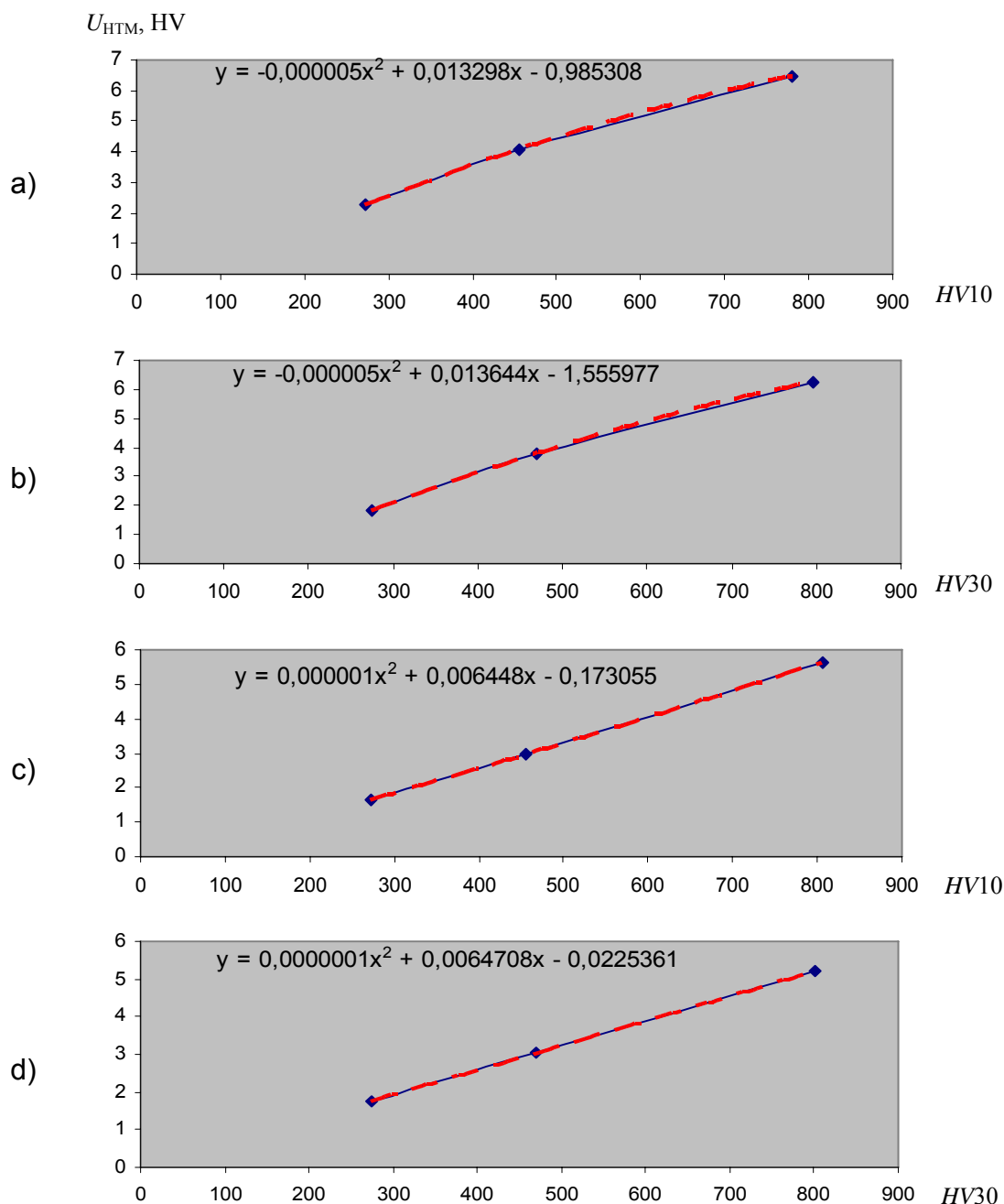


Slika 6.14: Grafički prikaz promjene maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera uslijed uvrštavanja stvarnih vrijednosti sile u izračun vrijednosti tvrdoće

a) za metodu HV10

b) za metodu HV30

Kako je umjeravanje primarnim etalonskim pločicama provedeno samo na nekim točkama unutar mjernog područja etalonskog tvrdomjera, kroz dobivene rezultate je provučena interpolacijska krivulja da bi se dobila mjerna nesigurnost bilo kojeg rezultata mjerenja unutar mjernog područja. Primjenjena je interpolacijska krivulja 2. stupnja, a na slici 6.15 su prikazane interpolacijske krivulje za metode HV10 i HV30 ovisno o primjenjenom sustavu za očitavanje veličine otiska.



Slika 6.15: Interpolacijske krivulje proširene mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera

- a) metoda HV 10; sustav I/G-258
- b) metoda HV 30; sustav I/G-258
- c) metoda HV10; sustav CCD-LFSB
- d) metoda HV30; sustav CCD_LFSB

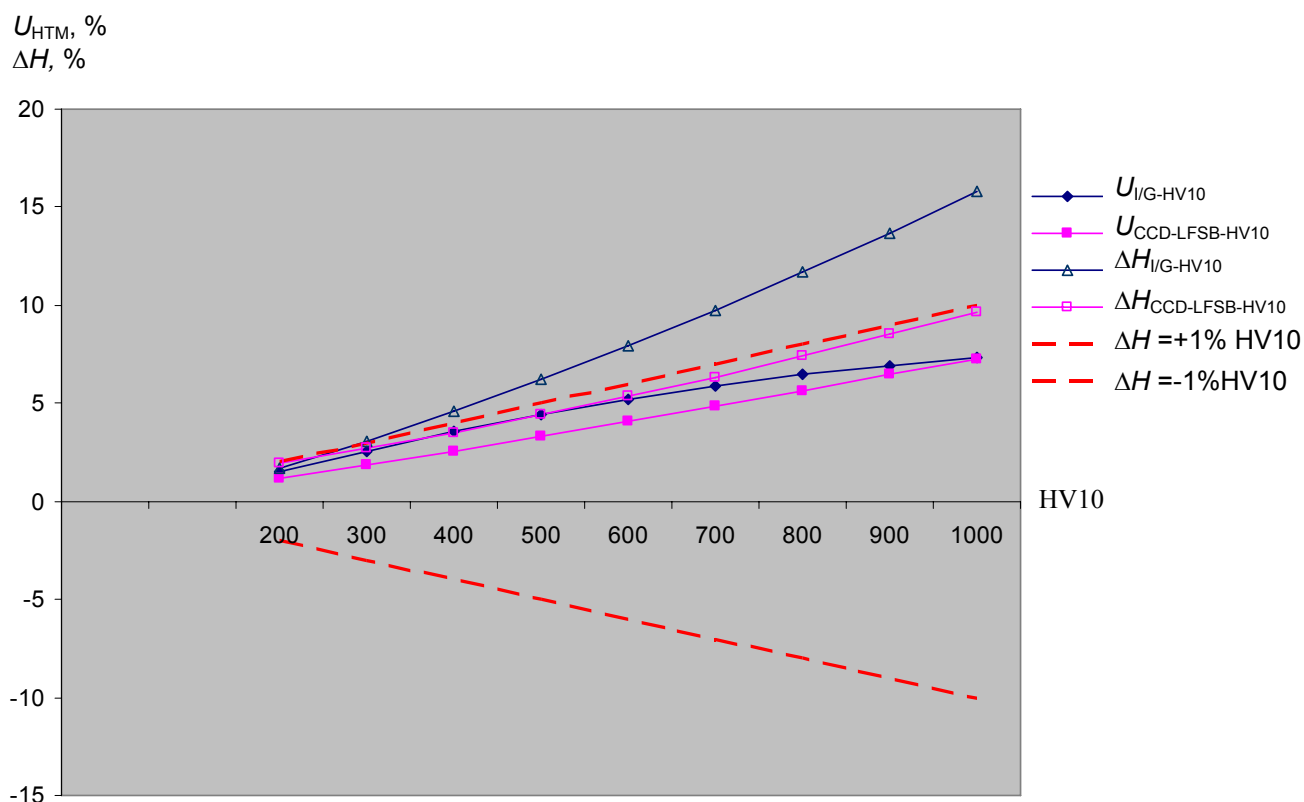
Plava linija predstavlja izmjerene vrijednosti dok crvena predstavlja provučeni polinom drugog stupnja. Iz prikazanih dijagrama se može zaključiti da kod primjene CCD-LFSB sustava za očitavanje polinom približno prekriva izmjerene vrijednosti i teži praktično u pravac. Kod sustava I/G-258 postoje problemi za opis cijele krivulje što se i uočava po koeficijentima polinoma.

U tablici 6.7 prikazane su proširene mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera s oba sustava očitavanja u obliku polinoma za mjerno područje od 200 do 1000 HV. U ukupnu mjernu nesigurnost je uračunata i nesigurnost uslijed ove interpolacije koja je procijenjena na temelju apriorne trokutne razdiobe.

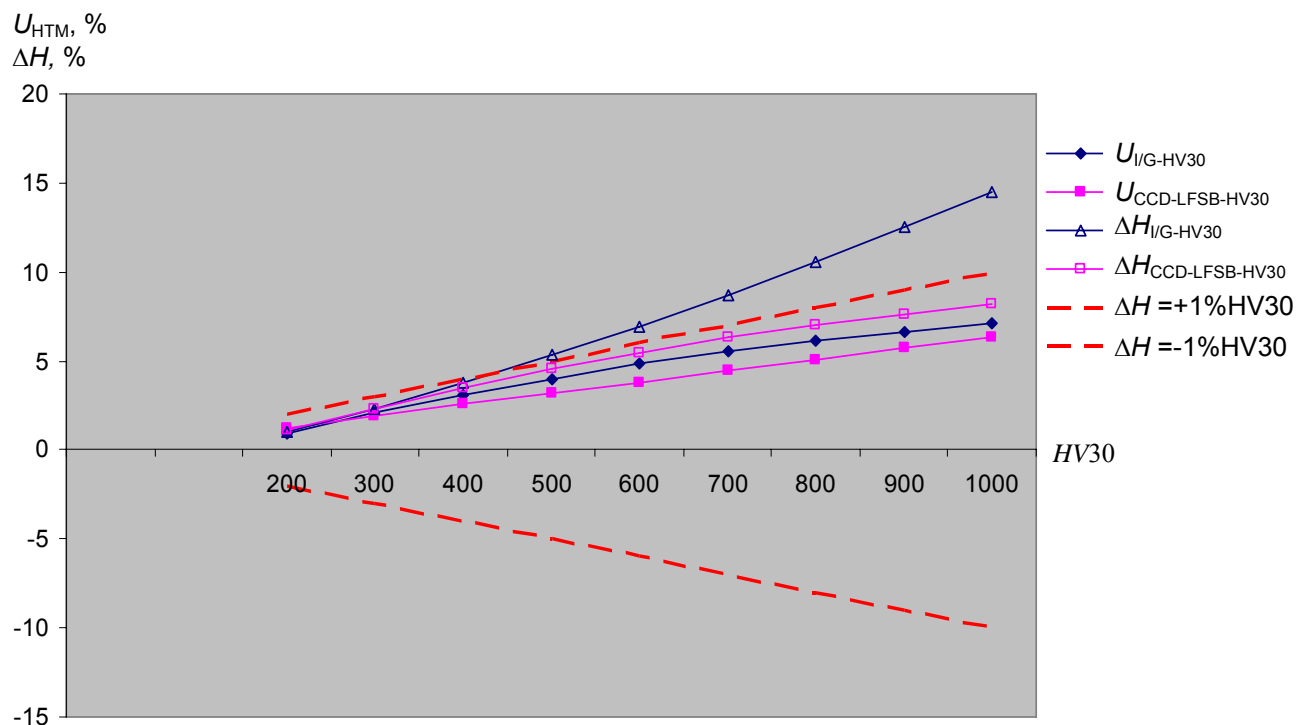
Tablica 6.7: Proširena mjerna nesigurnost etalonskog tvrdomjera

Mjerna veličina	Sustav očitavanja	Mjerno područje	Mjerna nesigurnost U_{HTM} ($k=2$; $P=95\%$)
HV10	I/G	200 HV10 do 1000 HV10	$-5 \cdot 10^{-6} \cdot \text{HV}^2 + 0,013298 \cdot \text{HV} - 0,985308$
HV10	CCD	200 HV10 do 1000 HV10	$1,0 \cdot 10^{-6} \cdot \text{HV}^2 + 0,006448 \cdot \text{HV} - 0,173055$
HV30	I/G	200 HV30 do 1000 HV30	$-5 \cdot 10^{-6} \cdot \text{HV}^2 + 0,013644 \cdot \text{HV} - 1,555977$
HV30	CCD	200 HV30 do 1000 HV30	$-1,0 \cdot 10^{-7} \cdot \text{HV}^2 + 0,006471 \cdot \text{HV} - 0,022536$

Na slikama 6.16 i 6.17 su dijagramski prikazani polinomi mjerne sposobnosti etalonskog tvrdomjera uz primjenu oba sustava za očitavanje veličine otiska.



Slika 6.16: Dijagramski prikaz proširenih mjernih nesigurnosti i maksimalnih odstupanja etalonskog tvrdomjera za metodu HV10



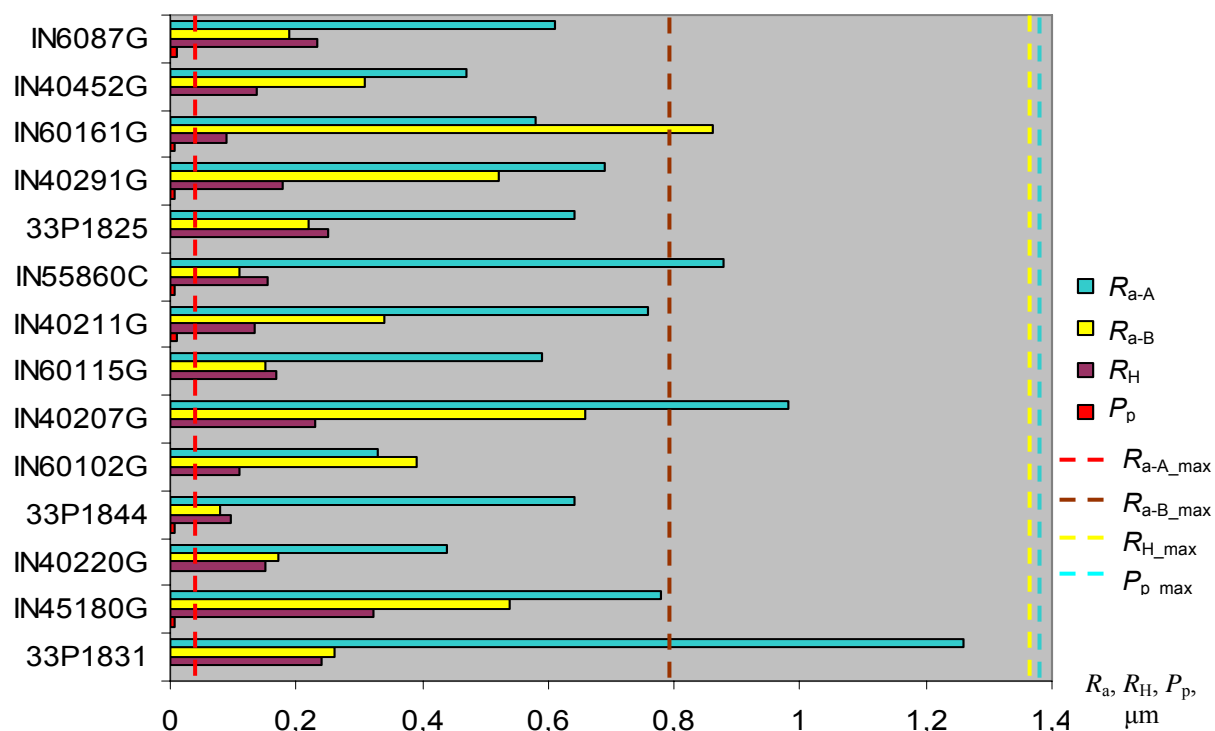
Slika 6.17: Dijagramski prikaz proširenih mjernih nesigurnosti i maksimalnih odstupanja etalonskog tvrdomjera za metodu HV30

Na oba dijagrama zamjećuju se isti trend ponašanja mjerne nesigurnosti, odnosno da je bliža granici +1 % HV. Kada je primjenjen sustav za očitavanje I/G-258 vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti izlaze van graničnog područja u mjernom području do 100HV. Uzrok ovomu je već predhodno objašnjen pri analizi sustava za očitavanje veličine otiska (poglavlje 6.3). Kod primjene opto-električnog sustava CCD-LFSB nesigurnosti su manje te je polinom bliži linearnoj interpolaciji što znači da ovisno o kvaliteti sustava za očitavanje može se primjeniti i odgovarajuća krivulja interpolacije. Razmatranjem maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera jasno je da pri primjeni sustava I/G-258 to odstupanje prelazi granicu +1 % HV. Prema tome maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera direktno ovisi o kvaliteti sustava za očitavanje. Prijašnje analize sustava za očitavanje kao mjerila duljine su pokazale da je sustav I/G-258 uvijek na rubu graničnih dozvoljenih odstupanja što se odrazilo i na rezultate indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera. Stoga se kod etalonskog tvrdomjera kao kombinacije sustava 5030TKV i I/G-258 računa s odstupanjem od ± 2 % HV a kod sustava 5030TKV i CCD-LFSB s odstupanjima od ± 1 % HV. Treba napomenuti da ova odstupanja dobivena pomoću interpolacijskih krivulja za proširenu mjernu nesigurnost u mjernom području do 200HV svakako treba provjeriti s još minimalno jednom primarnom etalonskom pločicom.

S obzirom da je umjeravanje primarnim etalonskim pločicama (indirektna metoda) provedeno samo za metode HV10 i HV30, a provjera direktnom metodom je provedena na oba sustava za cijelo mjerno područje, postavlja se pitanje da li je moguće pretpostaviti da će nesigurnosti mjerenja etalonskog tvrdomjera biti u određenim granicama i za ostala opterećenja. Odgovor na ovo pitanje dat će analiza provedenih interkomparacijskih mjerenja.

6.4 Analiza interkomparacijskih mjerenja

U poglavlju 5.6.1 su detaljno opisane metode provjera etalonskih pločica te su dani rezultati tih ispitivanja samo za pločicu IN60115G. U prilogu P-4 su tablično prikazani rezultati za ostale etalonske pločice. Na slici 6.18 su prikazana maksimalna dozvoljena i izmjerena odstupanja pojedine pločice za veličine: hrapavost (ispitne površine (R_{a-A}) i nalijegajuće površine pločice (R_{a-B})), ravnoća (R_H) te planparalelnost (P_p).



Slika 6.18: Analiza rezultata provjere hrapavosti, ravnoće i planparalelnosti etalonskih pločica za interkomparacijska mjerenja

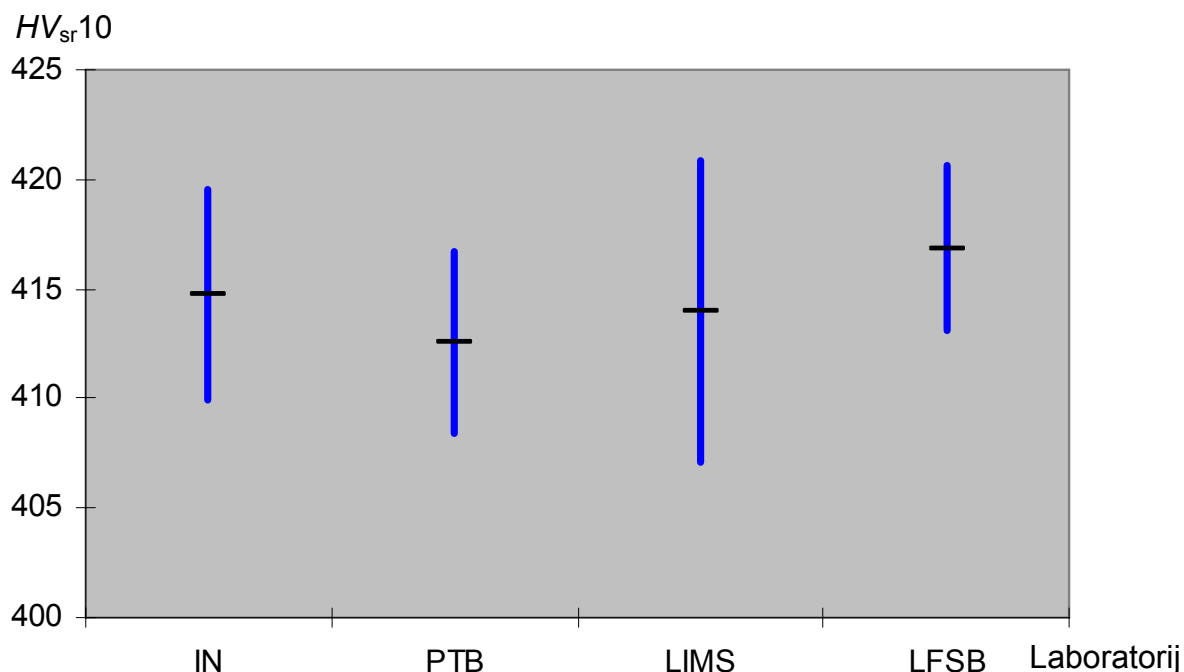
Iz rezultata ispitivanja se može zaključiti da su primjenjene pločice u ovoj interkomparaciji jako kvalitetno izrađene i njihove vrijednosti pojedinih odstupanja su daleko ispod maksimalno dopuštenih.

U poglavlju 5.6.2 su opisani uvjeti provedenih interlaboratorijskih ispitivanja te rezultati ispitivanja za metodu HV10 za sva tri laboratorija. Rezultati za ostale etalonske pločice nalaze u Prilogu P-4. Kako je indirektno umjeravanje primarnim etalonskim pločicama provedeno samo za metode HV10 i HV30, stoga su prvo analizirani rezultati interkomparacijskih mjerenja za te metode. Analizirana su odstupanja srednjih vrijednosti između svih laboratorija te rasipanje proširenih mjernih nesigurnosti umjeravanja za svaku pojedinu etalonsku pločicu. U tablici 6.8 su prikazani dobiveni rezultati mjerenja za sve laboratorije.

Tablica 6.8: Rezultati interlaboratorijskih mjerenja za metode HV10 i HV30

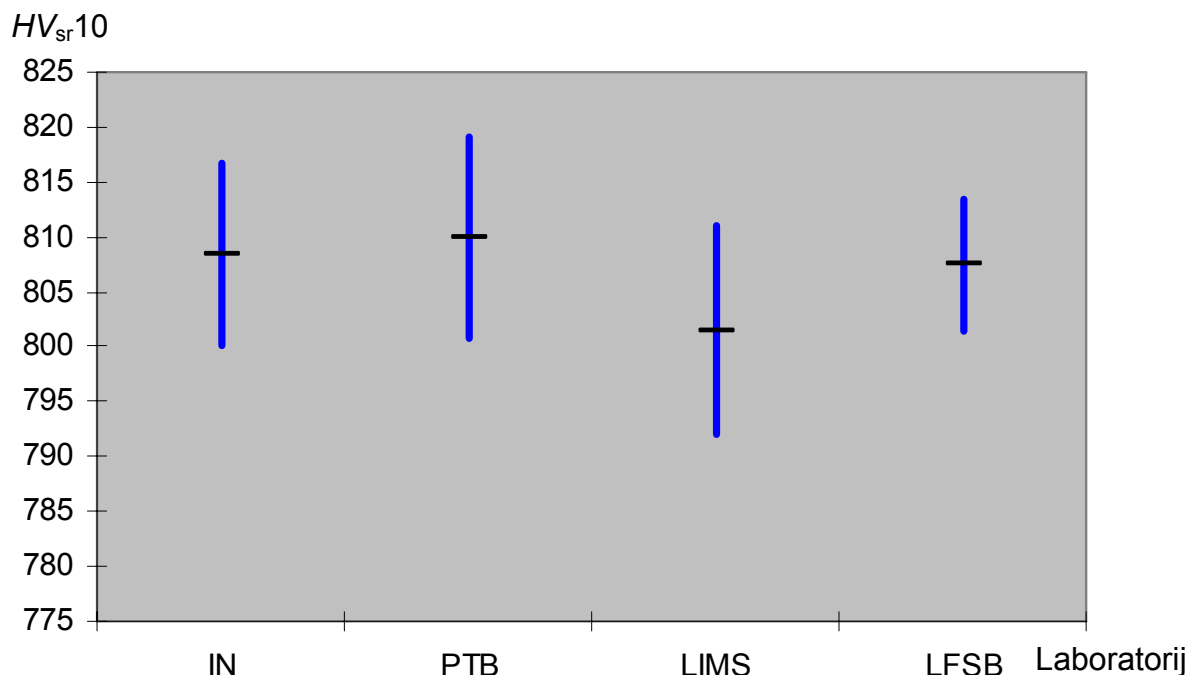
Metoda	Oznaka etalonske pločice	INDENTEC		PTB		LIMS		LFSB	
		HV_{sr} , HV	U , %	HV_{sr} , HV	U , %	HV_{sr} , HV	U , %	HV_{sr} , HV	U , %
HV10	IN40211G	414,74	4,77	412,54	4,16	414,02	6,88	416,82	3,77
	IN60115G	808,36	8,29	809,99	9,19	801,51	9,49	807,46	6,04
HV30	IN40219G	417,30	4,88	420,38	4,13	416,75	4,51	422,30	4,50
	IN60161G	801,50	8,11	798,05	7,31	801,26	10,51	800,16	8,13

Dijagramski su ta rasipanja za metodu HV10 ilustrirana na slikama 6.19 i 6.20. Iz oba dijagrama je jasno vidljivo da sustavi 5030TKV i I/G-258 kao etalonski tvrdomjer daju veće rasipanje rezultata umjeravanja etalonskih pločica. Već iz analize rezultata umjeravanja indirektnom metodom na opterećenjima HV10 i HV30 uočeno je da samo kombinacija sustava 5030TKV i CCD-LFSB kao etalonski tvrdomjer mogu biti na razini mjerne sposobnosti etalonskih tvrdomjera INDENTEC-a i PTB-a.



Slika 6.19: Dijagramski prikaz rasipanja rezultata umjeravanja etalonske pločice IN40211G za metodu HV10 pri međulaboratorijskim usporednim mjerenjima

Kod obje etalonske pločice rasipanje srednjih vrijednosti tvrdoća za sva četiri laboratorija se nalazi unutar $\pm 1\%$ HV ili na samom rubu. To rasipanje je manje ako se izostave rezultati mjerenja sustavom I/G-258. Uzimajući u obzir nesigurnosti umjeravanja tog sustava, nesigurnosti kod indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera pri primjeni ovog sustava te rasipanja vrijednosti kod usporednih mjerenja, očito da ovaj sustav nema sposobnosti ispunjavanja kriterija maksimalnog odstupanja do $\pm 1\%$ HV.



Slika 6.20: Dijagramski prikaz rasipanja rezultata umjeravanja etalonske pločice IN60115G za metodu HV10 pri međulaboratorijskim usporednim mjerenjima

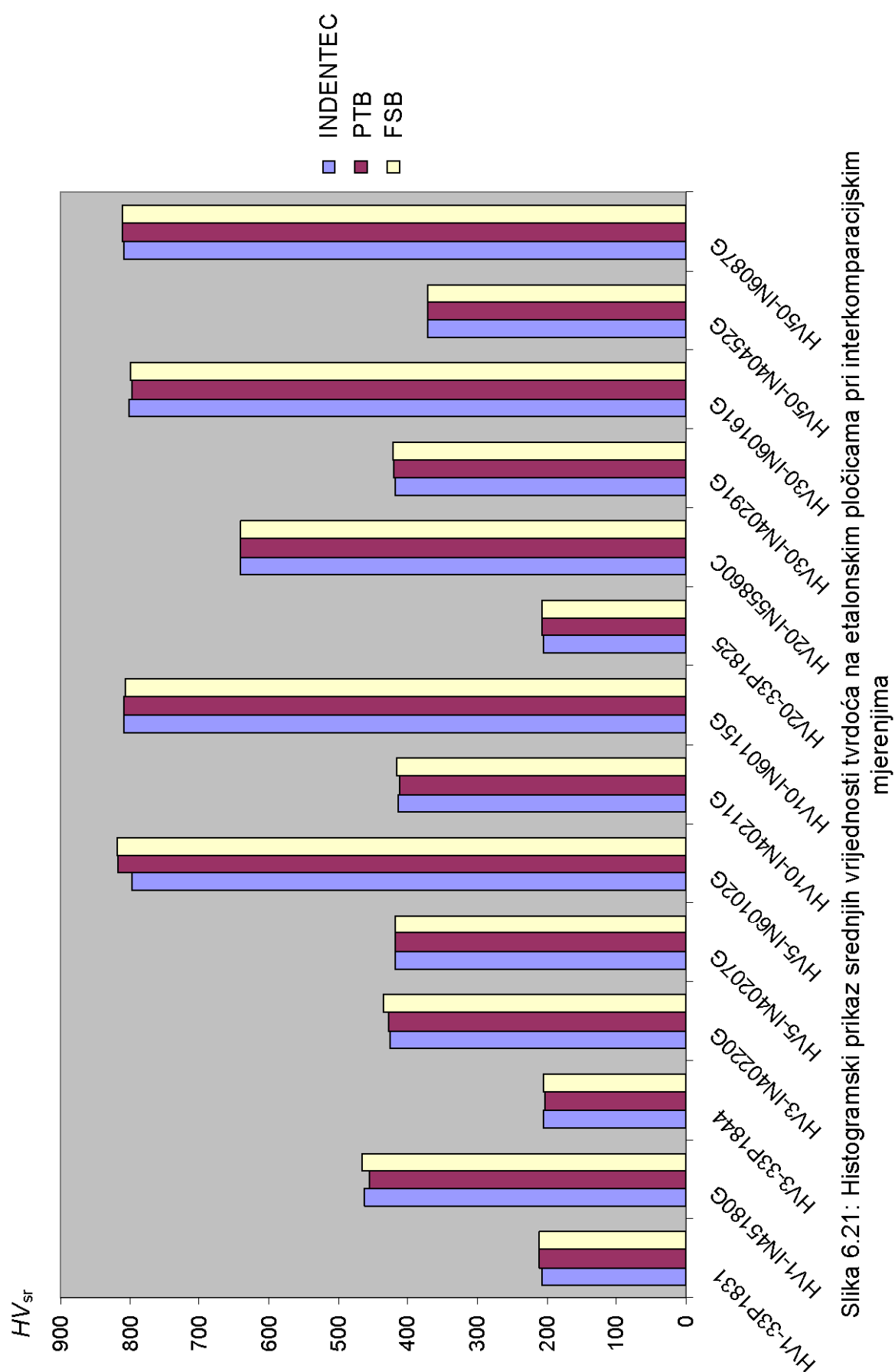
Potpuno sličnost zamijećena je i kod analize rasipanja vrijednosti za metodu HV30. Prema tome, već pri umjeravanju sustava I/G-258, kao sustava za mjerenje duljine, procijenjene i proračunate nesigurnosti su ukazivale da njegove sposobnosti nisu na razini potrebnoj za etalonski tvrdomjer. Te nesigurnosti su se kasnije generirale i na rezultate mjerenja tvrdoće. Prema tome, već izrečena teza da mjerna sposobnost sustava za očitavanje direktno utječe na mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera i ovdje je još jednom potvrđena.

Na temelju ove analize provedene za metode HV10 i HV30 te analiziranih mjernih sposobnosti sustava za opterećivanje 5030TKV i sustava za očitavanje veličine otiska CCD-LFSB, može se dati konačni zaključak da mjerna sposobnost etalonskog tvrdomjera s ovim sustavima iznosi $\leq 1\%$ HV za sva opterećenja. Potvrda ove tvrdnje su rezultati interkomparacijskih mjerenja prikazani u tablici 6.9.

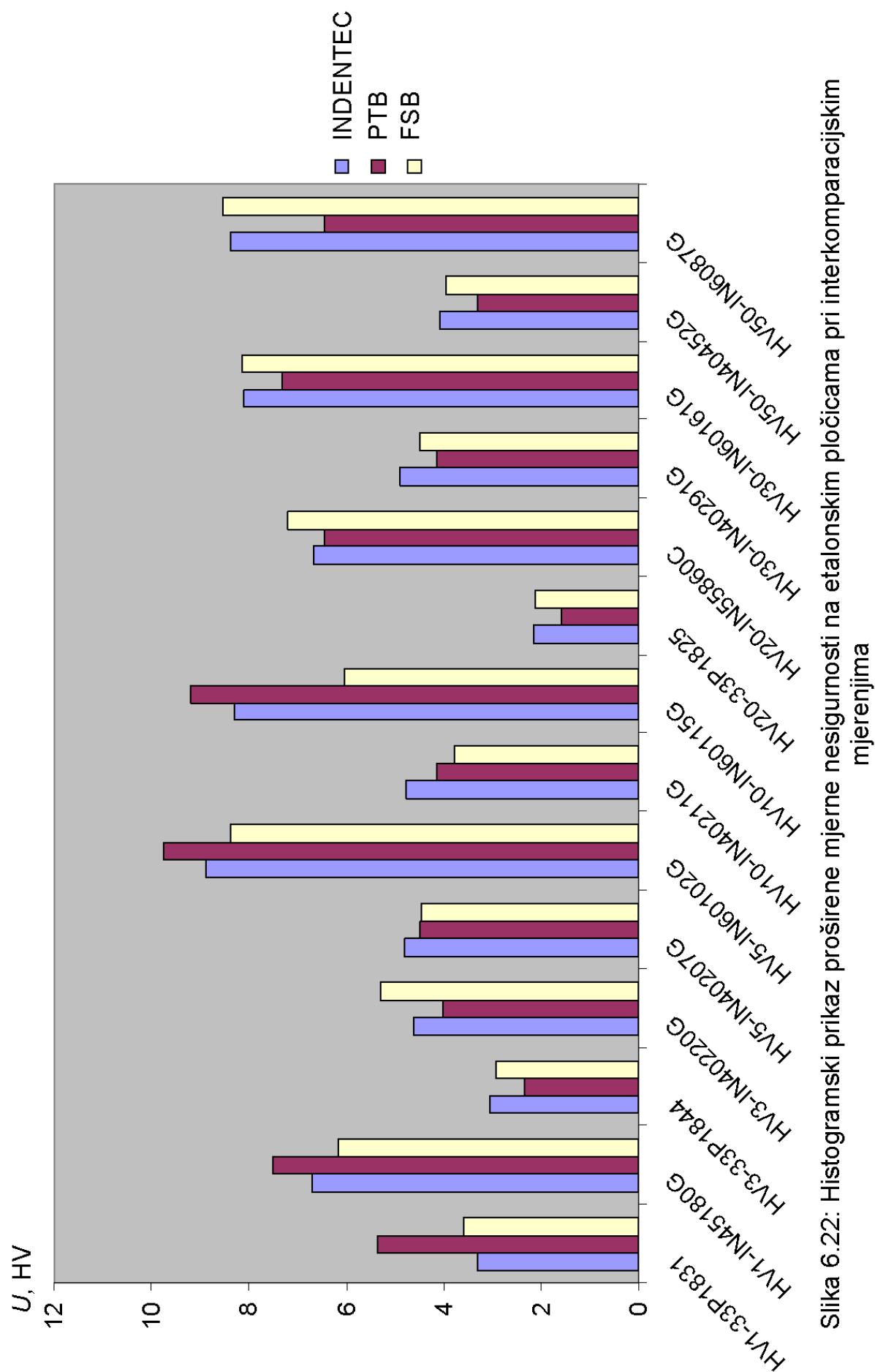
Tablica 6.9: Ostali rezultati interlaboratorijskih mjerenja

Opterećenje	Oznaka etalonske pločice	INDENTEC		PTB		LFSB	
		HV_{sr} , HV	U , %	HV_{sr} , HV	U , %	HV_{sr} , HV	U , %
HV1	33P1831	206,66	3,29	210,00	5,35	210,24	3,57
	IN45180G	461,92	6,69	455,74	7,52	465,99	6,16
HV3	33P1844	205,8	3,05	204,09	2,34	205,17	2,94
	IN40220G	426,56	4,6	428,34	4,02	434,92	5,30
HV5	IN40207G	418,04	4,81	418,55	4,49	418,67	4,46
	IN60102G	797,22	8,87	817,62	9,75	817,85	8,37
HV20	33P1825	204,37	2,15	207,84	1,58	207,90	2,11
	IN55860C	639,73	6,68	639,85	6,46	640,04	7,20
HV50	IN40452G	371,01	4,09	372,18	3,31	371,72	3,97
	IN6087G	808,65	8,39	810,71	6,46	811,18	8,54

Na slikama 6.21 i 6.22 je histogramski prikazana raspodjela srednjih vrijednosti tvrdoća te proširenih mjernih nesigurnosti umjeravanja za pojedinu etalonsku pločicu za cijelo mjerno područje etalonskog tvrdomjera 5030TKV_CCD-LFSB. Iz analize srednjih vrijednosti izmjerenih tvrdoća na pojedinim etalonskim pločicama vidljivo je da etalonski tvrdomjer ima vrlo mala odstupanja u odnosu na akreditirane laboratorije. Isto tako proširena mjerna nesigurnost umjeravanja etalonskih pločica je na razini mjerne nesigurnosti dobivene u laboratoriju INDENTEC-a i PTB-a. Time je potvrđena mjerna sposobnost etalonskog tvrdomjera 5030TKV_CCD-LFSB od ± 1 % HV i za opterećenja HV1, HV3, HV5, HV20 i HV50. Na temelju ove analize moglo bi se postaviti pitanje da li je kod etalonskih tvrdomjera s više mjernih područja potrebno za svako opterećenje provoditi indirektno umjeravanje primarnim etalonskim pločicama ako su dobro definirane vrijednosti sila opterećivanja te kvalitetno procijenjene nesigurnosti sustava opterećivanja i sustava za očitavanje veličine otiska. Jedna od mogućnosti je primjena neuronskih mreža pri procjenjivanju mjerne sposobnosti za ostala opterećenja, a koje bi se učile na provedenim umjeravanjima direktnom i indirektnom metodom jednog ili dva opterećenja etalonskog tvrdomjera. Ovo će svakako biti predmet budućih istraživanja.

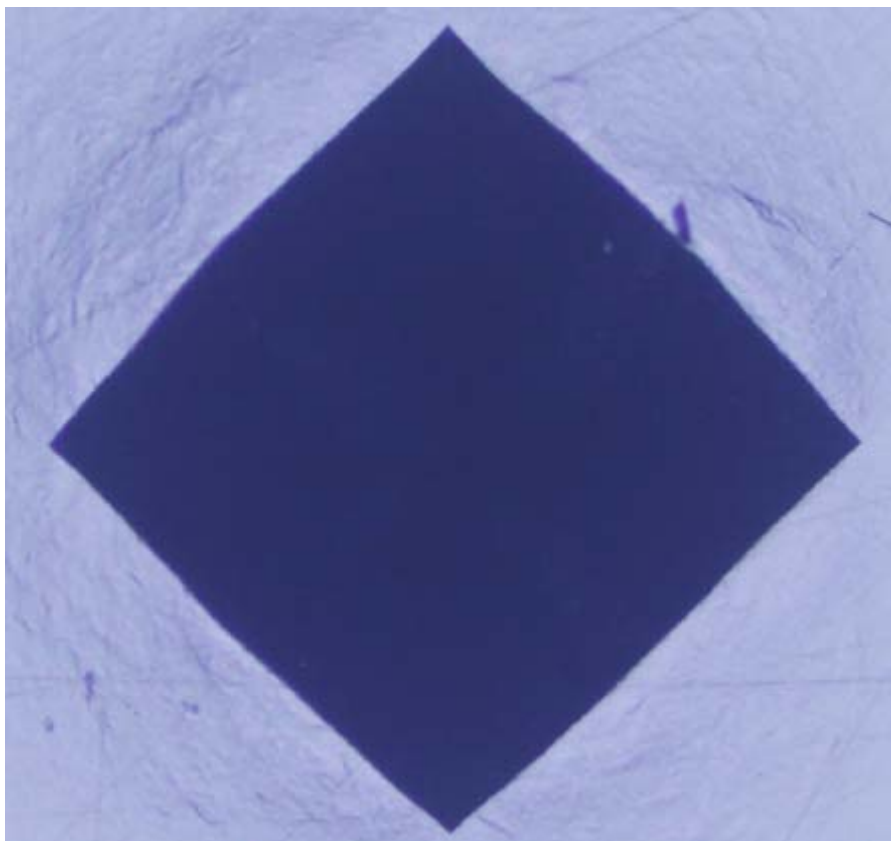


Slika 6.21: Histogramski prikaz srednjih vrijednosti tvrdoća na etalonskim pločicama pri interkomparacijskim mjerenjima



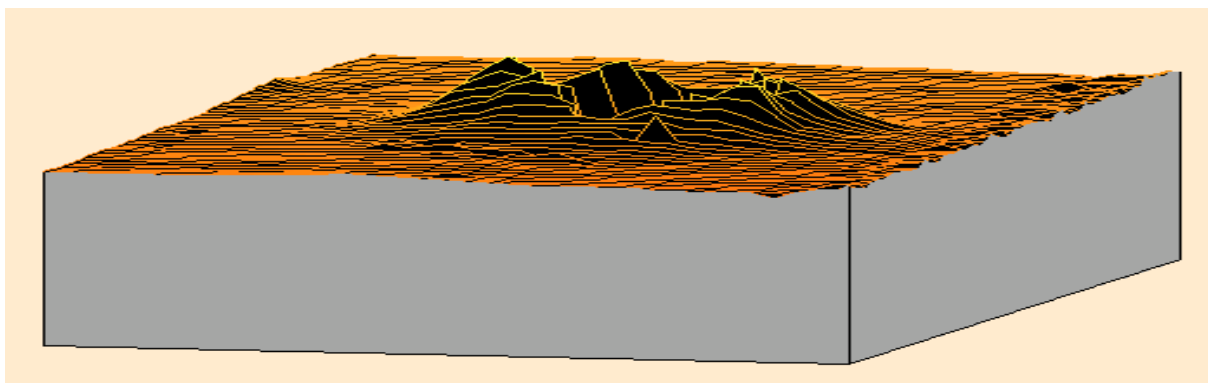
Slika 6.22: Histogramski prikaz proširene mjerne nesigurnosti na etalonskim pločicama pri interkomparacijskim mjerenjima

Analizom rezultata usporednih mjerenja te indirektnog umjeravanja etalonskog tvrdomjera zamijećena su znatno manja rasipanja vrijednosti mjerenja kod primarnih etalonskih pločica. To je i razumljivo s obzirom da je izrada primarnih etalonskih pločica na višoj razini. U prilog tomu idu i istraživanja koja su opisana u poglavlju 5.6.3 eksperimentalnog dijela ove disertacije. Primjenjene etalonske pločice u interkomparacijskim mjerenjima, iako su izvanredno obrađene u pogledu hrapavosti, planparalelnosti i ravnoće su međutim imale određene pogreške: mikropukotine i nehomogenosti materijala po cijeloj ispitnoj površini. Ako tome dodamo i kontaminaciju površine uslijed okolišnih uvjeta i rukovanja, sve to dovodi do povećanja nesigurnosti mjerenja na njima. Jedan od problema je i nehomogenost materijala koja najčešće dovodi do nejednolike deformacije materijala u različitim smjerovima što je prikazano na slici 6.23. Ovo, kod mjerenja tvrdoće na etalonskim pločicama u cilju ostvarivanja sljedivosti, stvara probleme na svim razinama lanca sljedivosti.



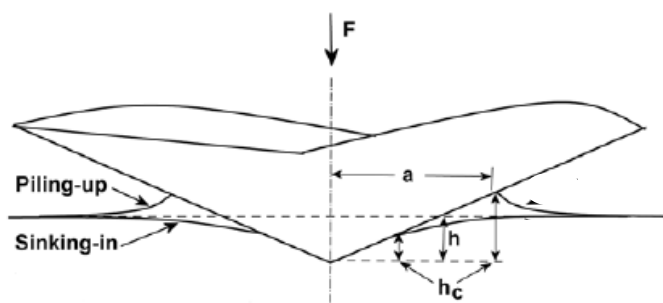
Slika 6.23: Nejednolika deformacije otiska u svim smjerovima na pločici IN40219G pri opterećenju $F = 294,41 \text{ N}$ (HV 30)

Kod mjerenja dijagonale otiska pojavljuje se još jedan problem koji je u eksperimentalnim istraživanjima djelomično procenjen kod procjene nesigurnosti CCD-LFSB sustava a to je procjena ruba otiska. Pri utiskivanju indentora dolazi na rubovima do nekontrolirane deformacije materijala pa nakon opterećivanja ostaje izgled površine prikazan na slici 6.24.



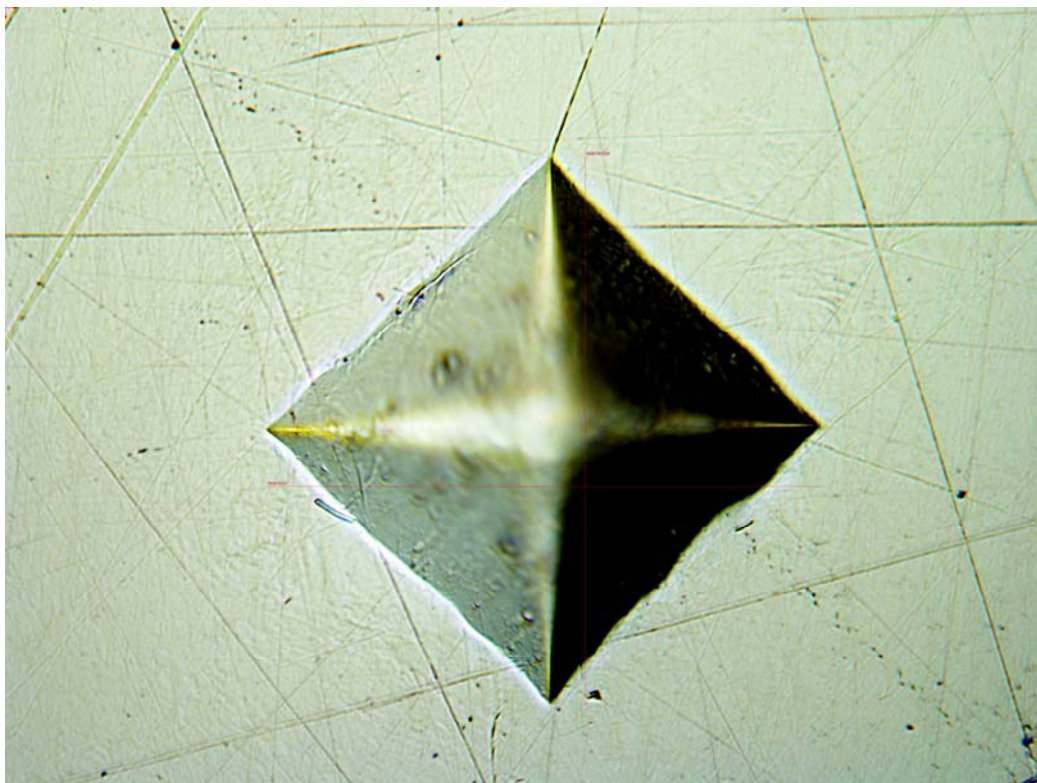
Slika 6.24: Topografija površine etalonske pločice nakon mjerenja tvrdoće

Stoga je kod ovakve površine problem izoštravanja rubova otiska a time i mjerenja tvrdoće. Ove pogreške bi se možda mogle izbjeći drugim tehnikama mjerenja otiska. Jedna od njih je mjerenje površine otiska. Budući da je površina otiska potrebna za izračunavanje tvrdoće, idealno rješenje bilo bi direktno mjerenje koristeći analizator slike. Površina otiska mogla bi se izračunati direktno iz projicirane površine podijeljene sa cosinusom nagiba kuta otiska i površine. Nažalost s Vickers otiscima javljaju se problemi prilikom mjerenja projicirane površine uzrokovani nekvadratičnošću otiska koja je posljedica nadvišenja ("piling-up") i udubljenja ("sinking-in") materijala uzduž rubova otisaka (slika 6.25).



Slika 6.25: Ilustracija "piling-up" i "sinking-in" problema [11]

Ovakvo odstupanje od kvadratičnosti rezultirat će značajnom promjenom projicirane površine, a primjer takvog otiska prikazan je na slici 6.26. U pravilu moguće je izvršiti korekciju mjerenjem perimetra otiska kao i njegove površine. Međutim, mjerenja gdje dolazi do ovako male promjene perimetra s dostatnom točnošću u svrhu postizanja potpunog kvadrata, vrlo su komplicirana te se smatraju nepraktičnima za otiske Vickersove metode.



Slika 6.26: Odstupanje od kvadratičnosti kod otiska na etalonskoj pločici 33P1831 pri primjeni metode HV3

Ova mjerna tehnika ima osjetljivost s obzirom na izabrani fokus i osvjetljenje. Smanjenje osvjetljenja rezultira povećanjem veličine otiska a slična opažanja zamijećena su i kada je stalak mikroskopa primaknut bliže leći objektiva. Navedena opažanja jednim dijelom, kontradiktorna su s Leigh-ovim opažanjima koji je dokazao da primicanjem stalka leći objektiva dolazi do smanjenja veličine otiska što je opisano u radu [56].

Shodno ovim dodatnim upozorenjima na pojedine probleme mjerenja veličine otiska, koja se prvenstveno naslanjaju na problematiku materijala etalonskih pločica, ukazuju da tu postoji čitav niz nesigurnosti čija procjena nije u potpunosti provedena a o kvantifikaciji tih utjecaja na sami rezultat mjerenja tvrdoće ne možemo ni govoriti. Nažalost ovo se direktno odražava i na mjernu sljedivost primarnih etalonskih tvrdomjera (slika 2.13) pogotovo kod međunarodnih usporedbi. Uzimajući sve ovo u obzir, postignuta mjerna sposobnost od ± 1 % HV etalonskog tvrdomjera 5030-TKV_CCD-LFSB je zavidna razina u svjetskim mjeriteljskim razmjerima.

7. ZAKLJUČAK

Kako tvrdoća nije jednoznačno definirana fizikalna veličina, mjerenje tvrdoće te ostvarivanje sljedivosti nije jednostavan postupak s obzirom na kompleksnost utjecajnih veličina. U ovom radu provedena su istraživanja pojedinih utjecajnih veličina čiju je procjenu i proračun bilo moguće kvantitativno odrediti na temelju dobivenih rezultata. Osnovni cilj je bio prikazati kako se pojedine utjecajne veličine odražavaju na nesigurnost mjerenja tvrdoće te na maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera a time i na hijerarhiju mjerne sljedivosti za mjernu veličinu tvrdoća. Pored toga dobivene su određene smjernice kako bi se izmijenio postojeći model za procjenu i proračun mjernih nesigurnosti kod etalonskih tvrdomjera.

Na temelju provedenih istraživanja mogu se donijeti slijedeći zaključci:

- a) Istraživanja sila opterećivanja na sustavu 5030TKV su pokazala da primjena prijenosnih etalona sile klase 00, sukladno normi EN ISO 376 pri umjeravanju sila opterećivanja etalonskog tvrdomjera, ne mogu zadovoljiti danas postizive mogućnosti polužnog sustava opterećivanja s utezima. Stoga je neophodna primjena posredničkih etalona sile s proširenom mjernom nesigurnošću njihova umjeravanja $\leq 0,05$ %. Primjenom ovih etalona u mjernom području 40 % do 100 % nazivne sile kod sustava 5030TKV smanjena je proširena mjerna nesigurnost umjeravanja sila opterećivanja s 0,12 % na $\leq 0,07$ % (uz $k=2$; $P=95$ %) za sve metode. Ovako niske vrijednosti mjerne nesigurnosti pružaju mogućnost uvrštavanja stvarno izmjerenih vrijednosti sile opterećivanja u izraz za izračun vrijednosti tvrdoće.

- b) Primjenom posredničkih etalona sile, uvođenjem novog sveobuhvatnijeg modela umjeravanja i novog modela procjene i proračuna mjerne nesigurnosti, kod sustava opterećivanja 5030TKV postignute su slijedeće stvarne vrijednosti sila za pojedinu metodu: HV1 – 9,817 N; HV3 – 29,431 N; HV5 – 49,049 N; HV10 – 98,107 N; HV20 – 196,198 N; HV30 – 294,410 N; HV50 – 490,350 N. Uvrštavanjem ovih stvarnih vrijednosti sila opterećivanja u izraz za izračunavanje tvrdoće postignuto je smanjenje mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće kod etalonskih tvrdomjera do 0,5HV. Osim toga, uočeno je da i mala promjena sile opterećivanja, koja je unutar propisanih granica odstupanja sukladno zahtjevima trenutno važeće norme, može utjecati na vrijednost izmjerene tvrdoće. U cilju daljnjeg smanjenja mjerne nesigurnosti sila opterećivanja, smjernica za buduća istraživanja je primjena višekomponentnih dinamometara kako bi se mogle mjeriti i radijalne sile pri mjerenju tvrdoće te time procijeniti dodatni utjecaji na sustave opterećivanja etalonskih tvrdomjera te kvantificirati njihov iznos.
- c) Sustavi očitavanja I/G-258 i CCD-LFSB, unatoč približno podjednakim polaznim karakteristikama, različito su podložni pojedinim utjecajima što se odražava na mjernu nesigurnost rezultata mjerenja duljine dijagonale otiska. Poboljšanjem procjene i proračuna mjernih nesigurnosti kod ovih sustava očitavanja postignuta su slijedeća maksimalna odstupanja:
- CCD-LFSB: - $\leq 0,4 \%$ od d u mjernom području od 0,1 mm do 1 mm;
 - $\leq 0,2 \%$ od d u mjernom području od 0,3 mm do 1 mm;
 - I/G-258: - $\leq 1,4 \%$ od d u mjernom području od 0,1 mm do 1 mm;
 - $\leq 0,5 \%$ od d u mjernom području od 0,2 mm do 1 mm;
- d) Sustavi za očitavanje veličine otiska u najvećoj mjeri imaju utjecaj na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera. Primjenom opto-električnog sustava CCD-LFSB kao analizatora slike otiska umjesto klasičnog optičkog mjernog mikroskopa I/G258 postignuto je smanjenje maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera s $\leq \pm 1,8 \%$ HV na $\leq \pm 1 \%$ HV. Iz ovih rezultata te iz analize rezultata indirektnog umjeravanja jasno je vidljivo da se primjenom sustava CCD-LFSB u sklopu etalonskog tvrdomjera postižu manje mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće. Bez detaljne analize utjecajnih veličina na sustave očitavanja i kvantificiranja njihovog utjecaja nije moguće utvrditi mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera. Primjena sustava, gdje se utjecaj mjeritelja svodi na što je moguću manju mjeru ili da njegova subjektivnost što manje utječe na rezultat mjerenja, direktno se utječe i na smanjenje mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće etalonskog tvrdomjera.

Iz rezultata postignutih uvrštavanjem stvarne vrijednosti sile u izraz za izračunavanje tvrdoće (zaključak pod b) te postignutog rezultata smanjenja maksimalnog odstupanja etalonskog tvrdomjera primjenom sustava očitavanja CCD-LFSB (zaključak pod d) proizlazi da razdvajanjem sustava opterećivanja i sustava očitavanja veličine otiska te smanjenjem njihovih pojedinačnih mjernih nesigurnosti mjerenja moguće je postići bolju mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera. Ovim je potvrđena osnovna hipoteza rada: *Razdvajanje sustava za opterećivanje i sustava za očitavanje veličine otiska kao zasebnih cjelina te*

smanjenje mjernih nesigurnosti mjerenja fizikalnih veličine za koje su primarno namijenjene, moguće je postići bolju mjernu sposobnost etalonskog tvrdomjera te utvrditi opravdanost usavršavanja pojedinog sustava kako bi u konačnici etalonski tvrdomjer postigao manju mjernu nesigurnost mjerenja tvrdoće.

- e) Etalonski tvrdomjer sastavljen od sustava za opterećivanje 5030TKV i sustava za očitavanje veličine otiska CCD-LFSB postiže mjernu nesigurnost:
- za metodu HV10: $U_{\text{HTM}} = 1,0 \cdot 10^{-6} \cdot \text{HV}^2 + 0,006448 \cdot \text{HV} - 0,173055$ uz $k=2$, $P=95\%$;
 - za metodu HV30: $U_{\text{HTM}} = -1,0 \cdot 10^{-7} \cdot \text{HV}^2 + 0,006471 \cdot \text{HV} - 0,022536$ uz $k=2$, $P=95\%$.

Dodajući ovoj proširenoj mjernoj nesigurnosti i odstupanje pri indirektnom umjeravanju, proizlazi da je maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera u granicama do $\pm 1\%$ HV. Stoga se ovu vrijednost može proglasiti mjernom sposobnošću etalonskog tvrdomjera. Ovo je potvrđeno kroz interlaboratorijska usporedna mjerenja s međunarodno priznatim akreditiranim laboratorijima čija je mjerna sposobnost bolja ili jednaka.

- f) Kvaliteta etalonskih pločica za provođenje indirektnog umjeravanja etalonskih tvrdomjera praktično utvrđuje mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera. Svaka nečistoća ili nehomogenost materijala dovodi do porasta nesigurnosti izmjerene tvrdoće. Bez primjene primarnih etalonskih pločica nije moguće postići mjernu nesigurnost $\pm 1\%$ HV etalonskog tvrdomjera. Istraživanja referentnih materijala, te izrada iz njih primarnih etalonskih pločica, od presudne je važnosti za snižavanje mjerne nesigurnosti mjerenja tvrdoće. Jedna od metoda koja ima perspektivu u budućim istraživanjima etalonskih pločica je scanning elektronska mikroskopija. Njen značaj će biti u istraživanjima kako ispitne površine etalonske pločice tako i same površine otiska. Osim toga ova metoda ima i primjenu pri istraživanju površine indentora odnosno utvrđivanje utjecaja promjene stanja površine stranica indentora na rezultate mjerenja tvrdoće.

Istraživanja te postignuti rezultati u ovom radu su pokazali da sadašnji model umjeravanja te procjene i proračuna mjernih nesigurnosti, opisan u normi EN ISO 6507-3, neadekvatno procjenjuje ili čak potpuno zanemaruje pojedine utjecaje na mjerenje tvrdoće etalonskim tvrdomjerom. Izrada novog dijela ove norme koji bi se odnosio samo na definiranje postupka umjeravanja etalonskih tvrdomjera i uvođenjem novih modela umjeravanja te procjene i proračuna mjernih nesigurnosti, dovelo bi do kvalitetnijeg načina utvrđivanja mjerne sposobnosti etalonskih tvrdomjera a time i do boljeg ostvarivanja mjerne sljedivosti mjerenja tvrdoće. U ovom smislu je i doprinos ovog rada koji na temelju eksperimentalnih istraživanja i znanstvenih prosudbi donosi procjenu pojedinih utjecaja na mjernu nesigurnost etalonskih tvrdomjera. Stoga se znanstveni doprinos ovog rada može okarakterizirati kao:

- Doprinos u poboljšanju mjernih sposobnosti etalonskog uređaja za tvrdoću odnosno snižavanje postignutih vrijednosti mjerne nesigurnosti.

- Novi pristup konstrukcijskim rješenjima pri izradi sustava za opterećivanje kako bi se smanjio udio njegove mjerne nesigurnosti na proširenu mjernu nesigurnost etalonskog uređaja.
- Opravdanost razdvajanja sustava za opterećivanje i sustava za određivanje veličine otiska te primjena novih uređaja za mjerenje duljine pri određivanju veličine otiska.
- Izrada novog matematičkog modela za procjenu i proračun mjerne nesigurnosti etalonskog tvrdomjera.

Dobiveni rezultati i doneseni zaključci bit će svakako predmet daljnjih usporednih mjerenja i potvrđivanja kroz interkomparacijska mjerenja u suradnji s europskim i svjetskim nacionalnim institutima a sve u cilju njihove valorizacija te uvođenja pojedinih postupaka u norme, upute ili vodiče za utvrđivanje mjerne nesigurnosti etalonskih tvrdomjera. Rezultati ovog rada doprinijeti će uspostavi međunarodnog etalona za mjerno područje tvrdoće po metodi Vickers u Hrvatskoj.

LITERATURA

- [1] Međunarodni rječnik osnovnih i općih naziva u metrologiji, Državni zavod za normizaciju i mjeriteljstvo, Grafok, Zagreb, 1993.
- [2] BIMP/IEC/IFCC/ISO/IUPAP/OIML (1995) Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, International Organisation for Standardisation (Geneva, Switzerland)
- [3] http://calce.umd.edu/general/Facilities/Hardness_ad.htm
- [4] M. Franz: Mehanička svojstva materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje – Zagreb, 1998.
- [5] Grupa autora iz Zwick-a : Novi trendovi u razvoju opreme za ispitivanje materijala, ZAG-Seminar, Ljubljana, 2006.
- [6] R.S. Figliola, D.E. Beasley: Theory and design for mechanical measurements, John Wiley & Sons, New York, 1991.
- [7] ASTM E 74 – 95: Standard Practice of Calibration of Force-Measuring Instruments for Verifying the Force Indication of Testing Machines
- [8] A. Sawla, M. Peters: EC – Intercomparison of Force Transducer Calibration, Brussels, Commission of the European Communities, Bureau of Reference (1987), EUR 11324 EN
- [9] A. Sawla, M. Peters: WECC – Inter-laboratory Comparison F2 Force Transducer Calibration, Braunschweig, PTB-Bericht PTB-MA-28, 1993.
- [10] Biserka Runje: Istraživanje mjernih nesigurnosti u postupcima umjeravanja etalona duljine, Doktorska disertacija, Zagreb, 2002.
- [11] Konrad Hermann und 4 Mitautoren: Härteprüfung an Metallen und Kunststoffen, Grundlagen zu modernen Verfahren, 2007.
- [12] www.ptb.de: PTB-Arbeitsgruppe 5.12 Härtemesstechnik
- [13] <http://www.mineralTown.com> homepage
- [14] [http://en.wikipedia.org/wiki/Hardness_\(materials_science\)](http://en.wikipedia.org/wiki/Hardness_(materials_science))
- [15] DIN EN ISO 6507-1: Metallic materials - Vickers hardness test - Part 1: Test method (ISO 6507-1:2005)
- [16] EA 10-16, Guidelines on the Estimation of Uncertainty in Hardness Measurements, 2001
- [17] Gabauer W., Manual of Codes of Practice for the Determination of Uncertainties in Mechanical Tests on Metallic Materials, The Estimation of Uncertainties in Hardness Measurements, Project, No. SMT4-CT97-2165, UNCERT COP 14: 2000
- [18] EA-4/07 (rev.01): Traceability of Measuring and Test Equipment to National Standards (previously EAL-G12), November 1995
- [19] OIML SP 19/SR 4: Compte-rendu de la comparaison internationale des échelles de dureté BIML, 1984
- [20] DIN EN ISO 6507-3: Metallic materials - Vickers hardness test - Part 3: Calibration of reference blocks (ISO 6507-3:2005)
- [21] DIN EN ISO 376: Metallic materials - Calibration of force-proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines (ISO 376:2004)

- [22] DIN EN ISO 6507-2 Metallic materials - Vickers hardness test - Part 2: Verification and calibration of testing machines (ISO 6507-2:2005)
- [23] EA/4-02: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration, December 1999
- [24] M. Vuković: Mjerna nesigurnost, Glasilo DZNM, 7-8/1999.
- [25] Dieter Dengel: Genauigkeit von Werkstoffprüfergebnissen, Materialprüfung 39 - 1997. str. 190
- [26] Z. Godec: Iskazivanje mjernog rezultata, Graphis – Zagreb, 1995.
- [27] M. Brezniščak: Iskazivanje mjerne nesigurnosti, str. 22 Mjeriteljski vjesnik 8 – 1990.
- [28] Povjerenstvo za izobrazbu: Stručna osposobljenost laboratorija, 2 izdanje, HMD, Zagreb, 1998.
- [29] EAL – G12: Traceability of measurements, 1991.
- [30] EUROMET project 673: Metrology – in short, 2nd edition, December 2003.
- [31] DKD-4: Rückführung von Meß- und Prüfmitteln auf nationale Normale; Herausgegeben von der Physikalisch - Technischen Bundesanstalt, Braunschweig 1998.
- [32] M. Vuković: Određivanje najveće mjerne sposobnosti mjeriteljskih laboratorija , Glasilo DZNM, 11-12/1998.
- [33] OIML R 10: Verification and calibration of 'Vickers' hardness standardized blocks, Bureau International de Métrologie Légale Edition 1974 (E), Paris - France
- [34] Ratiu M., Prexl R.: Betrachtung zur Normalisierung der optischen Auswertung der Vickers- und Brinell-Prüfeindrücke. VDI-Berichte Nr. 100, 1967, 137-139
- [35] Meyer K., Rossow E.: Einfluss der Wirkungsweise der optischen Messeinrichtung auf das Auswerten von Vickers- und Knoop- Prüfeindrücken. VDI-Berichte Nr. 160, 1972, 45-50
- [36] Barbato G., Desogus S.: Problems in the measurement of Vickers and Brinell indentations, Measurement 4, 1986, 137-147
- [37] Barbato G., Petik F.: Comparison between the hardness scales maintained at the IMGC, Torino and the OMH, Budapest; Bulletin OIML No.82, Mars 1981, 12-21
- [38] OIML :Hardness Standard Equipment, Bureau International de Métrologie Légale, Edition 1989, Paris - France
- [39] Petik F.: Statement of uncertainties at hardness testing, VDI-Berichte Nr. 583, 1986, 41-62
- [40] Marriner R.S.: Developments in hardness testing, Laboratory Methods, LXXVI, 1967, 37-42
- [41] Yano H.: Personal differences in visual judgement in precision measurement, Proceedings ISMET 1978, Tokyo
- [42] Petik F., Čutka B., Hadjinski I., Kersten W., Mikoszewski J.: Vergleichmessungen zwecks Vereinitlichung der Härtebecugskalen von fünf Ländern. Vörträge vom V. Kongress fünf Materialprüfung, Budapest 1970, Bd.I, 163-168
- [43] Petik F., Kovasc G.: Experiments to ensure the reproducibility and conformity of national hardness scales. ACTA IMEKO 1967, Vol. I, 369-379

- [44] Wood J.G., Mariner R.S.: The Measurement of Vickers hardness indentations, Laboratory Methods LXXIII – 1966, 297-300
- [45] Hida N and Yamamoto K. On the determination of absolute values of diagonal length of Vickers indentation. Bulletin of NRLM, No 25, Tokyo, Japan, 1970.
- [46] Yamamoto H, Yamamoto T, and Minagawa T, Effects of the hardness test conditions (Importance of rigidity of indenter). Proc. XIV IMEKO World Congress, Tampere, Finland. 1-6 June 1997, pp 252 – 257.
- [47] Barbato G and Desogus S. Problems in the measurement of Vickers and Brinell indentations. Measurement, No4, Oct-Dec 1986, pp137-147.
- [48] Stanbury G C and Davis F A, The uncertainty evaluation of NPL's hardness facility. Proc. XVI IMEKO World Congress, Vienna, Austria. 25-28 September 2000, VIII, pp331-336.
- [49] Quinzhong L, Peixian Z, yuhong L, Huicai Z, and Huaxing Z. Development of hardness measurement in China. HARDMEKO '98, Beijing, China, 21-23 Sept 1998, pp 7-16.
- [50] Bassett D C. The effect of ultrasonic cleaning on the hardness of metal surfaces. NPL report MOM 42, January 1984.
- [51] Alar Ž.: Procjenjivanje nesigurnosti rezultata mjerenja sile, Magistarski rad, Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2001.
- [52] EA/LC(04)36 Draft: Guideline to the evaluation of the uncertainty of the Brinell and the Vickers measuring method, 2004.
- [53] A. Sawla: Uncertainty of measurement in the verification and calibration of the force-measuring systems of testing machines, PTB, Braunschweig 1999.
- [54] DIN EN ISO 7500-1: Metallic materials – Verification of static uniaxial testing machines – Verification and calibration of the force measuring system, 2004.
- [55] Petik F. Factors influencing hardness measurement. OIML P 11, Paris 1983.
- [56] Laurence Brice, Francis Davis, and Andrew Crawshaw: Uncertainty in hardness measurement NPL Report CMAM 87, April 2003

ŽIVOTOPIS / BIOGRAPHY

Željko Alar rođen je 30.09.1966. godine u Udbini. Osnovnu školu je pohađao u Podlapači, malom mjestu dvadesetak kilometara udaljenom od Udbine. Srednjoškolsko obrazovanje nastavlja u Zagrebu, gdje u OC "Nikola Tesla" 1985. godine brani maturalsnu radnju. Iste godine položi klasifikacijski ispit te se upisuje na Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. Diplomirao 1993. godine na smjeru Proizvodno strojarstvo odsjek Materijali, a tema rada je bila "Korelacija kemijskog sastava i strukture željezničkih kočnih papuča". Time je stekao stručno zvanje diplomirani inženjer strojarstva.

Nakon obrane diplomskog rada, početkom 1994. godine, zaposlio se na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu kao mlađi asistent pri Zavodu za materijale. Magistrirao je 2001. godine a naslov rada je bio: Procjenjivanje nesigurnosti rezultata mjerenja sile. Trenutno obavlja poslove asistena na istom Zavodu a ujedno je i Voditelj Laboratorija za ispitivanje mehaničkih svojstava materijala.

Sudjeluje na više znanstvenih projekata u okviru kojih je objavio petnaestak radova u znanstvenim časopisima te međunarodnim i domaćim znanstvenim skupovima. Osim nastavnog i znanstvenog rada na području materijala, sudjeluje i na području umjeravanja opreme za mjerenje sile u R. Hrvatskoj, te ispitivanja mehaničkih svojstava materijala. Koautor je nekoliko stručnih studija i ekspertiza na području ispitivanja materijala.

Član je Hrvatskog društva za materijale i tribologiju (HDMT) i udruge Hrvatski laboratoriji (CROLAB) gdje je potpredsjednik sekcije KUL (Klub umjernih laboratorija). Služi se njemačkim jezikom. Oženjen i otac je dva sina.

Mr. Željko Alar was born on 30 September 1966 in Udbina. He completed primary school in Podlapača, a small town about twenty kilometers from Udbina. In 1985 he completed the secondary school of OC "Nikola Tesla" in Zagreb. In the same year he began to study at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, University of Zagreb. Mr. Alar graduated at the Department of Production Engineering – Materials in 1993. The thesis of his graduate was "Correlation of the Chemical Composition and Structure of Railway Brake Pedals".

He began to work at the Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture in Zagreb as a junior assistant at the Department for Materials in 1994. He received his Master's degree in 2001 and the thesis of his dissertation was „Estimating Uncertainty Results of Measurements of Force". He currently works as an assistant at the Department for Materials and is chief of the Laboratory for Testing Mechanical Properties of Materials.

He has participated in several scientific projects and has published 15 articles in scientific journals on foreign and domestic scientific conferences. Apart from teaching activities he is also involved in scientific activities in the field of uncertainty of measurement of force. He actively participates in testing and calibration of standards of force and hardness. He is the co-author of several professional studies in the field of materials testing.

He is a member of the Croatian Society for Materials and Tribology (HDMT) and the Croatian Association of Laboratories (CROLAB) where he is vice president of section KUL (Calibration laboratories club).

He speaks German.

He is married and has two sons.

POPIS PRILOGA

Prilog 1: Rezultati ispitivanja sila opterećivanja

- Tablica P-1.1: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV1
- Tablica P-1.2: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV1
- Tablica P-1.3: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV3
- Tablica P-1.4: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV3
- Tablica P-1.5: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV5
- Tablica P-1.6: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV5
- Tablica P-1.7: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV20
- Tablica P-1.8: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV20
- Tablica P-1.9: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV30
- Tablica P-1.10: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV30
- Tablica P-1.11: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV50
- Tablica P-1.12: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV50

Prilog 2: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja

- Tablica P-2.1: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja na etalonskoj pločici 808,8 HV50
- Tablica P-2.2: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja na etalonskoj pločici WERKO-V252724

Prilog 3: Rezultati indirektnog umjeravanja primarnim etalonskim pločicama

- Tablica P-3.1: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G
- Tablica P-3.2: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G
- Tablica P-3.3: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN60150G
- Tablica P-3.4: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G
- Tablica P-3.5: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN28264G
- Tablica P-3.6: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN28264G
- Tablica P-3.7: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN45197G
- Tablica P-3.8: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN45197G
- Tablica P-3.9: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN60127G

Tablica P-3.10: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN60127G

Prilog 4: Rezultati ispitivanja etalonskih pločica

Tablica P-4.1: Rezultati ispitivanja hrapavosti, planparalelnosti i ravnoće etalonskih pločica za interkomparacijsku provjeru

Prilog 5: Rezultati interkomparacijskih mjerenja

Tablica P-5.1: Rezultati interkomparacijskih mjerenja u INDENTEC-u

Tablica P-5.2: Rezultati interkomparacijskih mjerenja u PTB-u

Tablica P-5.3: Rezultati interkomparacijskih mjerenja na FSB-u (5030TKV i CCD-LFSB)

Tablica P-1.1: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV1

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Prvo mjerenje X_1 , mV/V	Drugo mjerenje X_2 , mV/V	Treće mjerenje X_3 , mV/V	Četvrto mjerenje X_4 , mV/V	Peto mjerenje X_5 , mV/V	Sile X , mV/V			Odstupanje q , %			Ponovljivost b , %
								X_{max}	X_{min}	X_{sr}	q_{max}	q_{min}	q_{sr}	
Poz. 1	9,807	0,19621	0,00000 0,19638 0,00003 0,00000	0,00000 0,19639 0,00002 0,00000	0,00000 0,19639 0,00002 0,00000	0,00000 0,19638 0,00002 0,00000	0,00000 0,19640 0,00001 0,00000	0,19640	0,19638	0,19639	0,097	0,087	0,091	0,010
Poz. 2	9,807	0,19621	0,00000 0,19641 0,00002 0,00000	0,00000 0,19640 0,00002 0,00000	0,00000 0,19640 0,00001 0,00000	0,00000 0,19649 0,00001 0,00000	0,00000 0,19640 0,00000 0,00000	0,19649	0,19640	0,19642	0,143	0,097	0,107	0,046
Poz. 3	9,807	0,19621	0,00000 0,19641 0,00001 0,00000	0,00000 0,19640 0,00001 0,00000	0,00000 0,19641 0,00001 0,00000	0,00000 0,19641 0,00001 0,00000	0,00000 0,19646 0,00001 0,00000	0,19646	0,19640	0,19642	0,128	0,097	0,105	0,031
Poz. 4	9,807	0,19621	0,00000 0,19649 0,00001	0,00000 0,19641 0,00001	0,00000 0,19648 0,00002	0,00000 0,19629 0,00002	0,00000 0,19644 0,00003	0,19649	0,19629	0,19642	0,143	0,041	0,108	0,102

Tablica P-1.2: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV1

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Srednja vrijednost X_{sr} , mV/V	s(x), ‰		$u(b)$ ‰	α ‰	a_t °C	u_t ‰	a_s ‰	u_s ‰	a_e ‰	u_e ‰	u_{PTB} , ‰	u_c ‰	U_F ‰
Poz. 1	9,807	0,19621	0,19639	3,742E-06	0,0019	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0243	0,049
Poz. 2	9,807	0,19621	0,19642	1,761E-05	0,0090	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0259	0,052
Poz. 3	9,807	0,19621	0,19642	1,122E-05	0,0057	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0249	0,050
Poz. 4	9,807	0,19621	0,19642	3,597E-05	0,0183	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0304	0,061

Tablica P-1.3: Umjeravanje sile opterećivanja za metodu HV3

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , m V/V	Prvo mjerenje X_1 , m V/V	Drugo mjerenje X_2 , m V/V	Treće mjerenje X_3 , m V/V	Četvrto mjerenje X_4 , m V/V	Peto mjerenje X_5 , m V/V	Sile X , m V/V			Odstupanje q , %		Ponovljivost b , %
								X_{max}	X_{min}	X_{sr}	q_{max}	q_{min}	q_{sr}
Poz. 1	29,42	0,58861	0,00000 0,58879 0,00003 0,00000	0,00000 0,58887 0,00003 0,00000	0,00000 0,58882 0,00003 0,00000	0,00000 0,58882 0,00001 0,00000	0,00000 0,58884 0,00000 0,00000	0,58887 0,58883	0,58879 0,58883	0,58883	0,044 0,031	0,037 0,037	0,014
Poz. 2	29,42	0,58861	0,00000 0,58884 0,00001 0,00000	0,00000 0,58884 0,00002 0,00000	0,00000 0,58885 0,00001 0,00000	0,00000 0,58884 0,00001 0,00000	0,00000 0,58882 0,00000 0,00000	0,58885 0,58884	0,58882 0,58884	0,58884	0,041 0,036	0,039 0,039	0,005
Poz. 3	29,42	0,58861	0,00000 0,58879 0,00000 0,00000	0,00000 0,58874 0,00000 0,00000	0,00000 0,58882 0,00001 0,00000	0,00000 0,58887 0,00000 0,00000	0,00000 0,58890 0,00000 0,00000	0,58890 0,58882	0,58874 0,58882	0,58882	0,049 0,022	0,037 0,037	0,027
Poz. 4	29,42	0,58861	0,00000 0,58885 -0,00001	0,00000 0,58886 0,00001	0,00000 0,58881 0,00000	0,00000 0,58884 0,00000	0,00000 0,58889 0,00000	0,58889 0,58885	0,58881 0,58885	0,58885	0,048 0,034	0,041 0,041	0,014

Tablica P-1.4: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sile opterećivanja za metodu HV3

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Srednja vrijednost X_{sr} , mV/V	s(x), %		$u(b)$, %	α , %	α_t , °C	u_t , %	a_s , %	u_s , %	a_e , %	u_e , %	u_{PTB} , %	u_c , %	U_F , %
Poz. 1	29,42	0,58861	0,58883	1,32E-05	0,0022	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0244	0,049
Poz. 2	29,42	0,58861	0,58884	4,9E-06	0,0008	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0243	0,048
Poz. 3	29,42	0,58861	0,58882	2,84E-05	0,0048	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0247	0,049
Poz. 4	29,42	0,58861	0,58885	1,3E-05	0,0022	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0243	0,049

Tablica P-1.5: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV5

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Prvo mjerenje X_1 , mV/V	Drugo mjerenje X_2 , mV/V	Treće mjerenje X_3 , mV/V	Četvrto mjerenje X_4 , mV/V	Peto mjerenje X_5 , mV/V	Sila X , mV/V	Odstupanje q , %	Ponovljivost b , %
			X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_{min} X_{sr} X_{max}	q_{min} q_{max} q_{sr}	
Poz. 1	49,03	0,98094	0,00000 0,98149 0,00000	0,00000 0,98151 0,00000	0,00000 0,98145 0,00000	0,00000 0,98144 0,00001	0,00000 0,98149 0,00000	0,98151 0,98144 0,981476	0,058 0,051 0,055	0,007
Poz. 2	49,03	0,98094	0,00000 0,98139 0,00001	0,00000 0,98230 0,00002	0,00000 0,98116 0,00000	0,00000 0,98221 0,00000	0,00000 0,98153 0,00001	0,98230 0,98116 0,981718	0,139 0,022 0,079	0,116
Poz. 3	49,03	0,98094	0,00000 0,98081 0,00002	0,00000 0,98153 0,00000	0,00000 0,98089 0,00002	0,00000 0,98131 0,00000	0,00000 0,98095 0,00001	0,98153 0,98081 0,981098	-0,013 0,016	0,073
Poz. 4	49,03	0,98094	0,00000 0,98129 0,00001	0,00000 0,98114 0,00000	0,00000 0,98116 0,00000	0,00000 0,98163 0,00000	0,00000 0,98073 0,00001	0,98163 0,98073 0,98119	-0,021 0,025	0,092

Tablica P-1.6: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV5

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Srednja vrijednost X_{sr} , mV/V	$s(x)$, %	$u(b)$, %	α , %	a_t , °C	u_t , %	a_s , %	u_s , %	a_e , %	u_e , %	u_{PTB} , %	u_c , %	U_F , %
Poz. 1	49,03	0,98094	0,981476	1,33E-05	0,0014	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,0243	0,0486
Poz. 2	49,03	0,98094	0,981718	0,000227	0,0232	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,0335	0,0671
Poz. 3	49,03	0,98094	0,981098	0,000138	0,0140	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,0280	0,0560
Poz. 4	49,03	0,98094	0,98119	0,000145	0,0147	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,0284	0,0568

Tablica P-1.7: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV20

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Prvo mjerenje X_1 , mV/V	Drugo mjerenje X_2 , mV/V	Treće mjerenje X_3 , mV/V	Četvrto mjerenje X_4 , mV/V	Peto mjerenje X_5 , mV/V	Sila X , mV/V	Odstupanje q , %			Ponovljivost b , %
								X_{max} X_{min} X_g	q_{max}	q_{min}	q_g	
Poz. 1	196,1	0,80003	0,00000 0,80017 0,00003	0,00000 0,80037 0,00002	0,00000 0,80032 0,00002	0,00000 0,80033 0,00003	0,00000 0,80031 0,00001	0,80037 0,80017 0,80030	0,043	0,018	0,034	0,025
Poz. 2	196,1	0,80003	0,00000 0,80033 0,00007	0,00000 0,80047 0,00003	0,00000 0,80058 0,00002	0,00000 0,80052 0,00002	0,00000 0,80033 0,00002	0,80058 0,80033 0,80045	0,069	0,038	0,052	0,031
Poz. 3	196,1	0,80003	0,00000 0,80058 0,00005	0,00000 0,80052 0,00001	0,00000 0,80041 0,00001	0,00000 0,80051 0,00002	0,00000 0,80068 0,00002	0,80068 0,80041 0,80054	0,081	0,048	0,064	0,034
Poz. 4	196,1	0,80003	0,00000 0,80047 0,00003	0,00000 0,80029 0,00004	0,00000 0,80074 0,00003	0,00000 0,80057 0,00003	0,00000 0,80039 0,00002	0,80074 0,80029 0,80049	0,089	0,033	0,058	0,056

Tablica P-1.8: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV20

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Srednja vrijednost X_{sr} , mV/V	$s(x)$, ‰		$u(b)$ ‰	α ‰	α_t °C	u_t ‰	a_s ‰	u_s ‰	a_e ‰	u_e ‰	u_{PRB} , ‰	u_c ‰	U_F , ‰
Poz. 1	196,1	0,80003	0,80030	3,41E-05	0,0043	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0246	0,0492
Poz. 2	196,1	0,80003	0,80045	5,05E-05	0,0063	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0251	0,0501
Poz. 3	196,1	0,80003	0,80054	4,44E-05	0,0055	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0249	0,0497
Poz. 4	196,1	0,80003	0,80049	7,72E-05	0,0096	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,011	0,0261	0,0522

Tablica P-1.9: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV30

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Prvo mjerenje X_1 , mV/V	Drugo mjerenje X_2 , mV/V	Treće mjerenje X_3 , mV/V	Četvrto mjerenje X_4 , mV/V	Peto mjerenje X_5 , mV/V	Sile X , mV/V			Odstupanje q , %			Ponovljivost b , %
								X_{max}	X_{min}	X_{sr}	q_{max}	q_{min}	q_{sr}	
Poz. 1	294,2	1,20032	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	1,20150	1,20132	1,20138	0,098	0,083	0,088	0,015
			1,20140	1,20135	1,20150	1,20132	1,20133							
Poz. 2	294,2	1,20032	0,00006	0,00004	0,00003	0,00004	0,00004							0,018
			0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	1,20136	1,20114	1,20129	0,087	0,068	0,081	
Poz. 3	294,2	1,20032	0,00002	0,00001	0,00001	0,00003	0,00004							0,017
			0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	0,00000	1,20134	1,20114	1,20122	0,085	0,068	0,075	
Poz. 4	294,2	1,20032	1,20127	1,20103	1,20049	1,20072	1,20079	1,20127	1,20049	1,20086	0,079	0,014	0,045	0,065
			0,00004	0,00003	0,00004	0,00004	0,00004							

Tablica P-1.10: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV30

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Srednja vrijednost X_{sr} , mV/V	$s(\bar{x})$, %	$u(b)$, %	α , %	a_t , °C	u_t , %	a_s , %	u_s , %	a_e , %	u_e , %	u_{PTB} , %	u_c , %	U_{F5} , %
Poz. 1	294,2	1,20032	1,20138	3,3E-05	0,0027	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,0244	0,0488
Poz. 2	294,2	1,20032	1,20129	3,93E-05	0,0033	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,0245	0,0489
Poz. 3	294,2	1,20032	1,20122	3,33E-05	0,0028	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,0244	0,0488
Poz. 4	294,2	1,20032	1,20086	0,000134	0,0111	0,02	1,3	0,0150	0,025	0,0144	0,01	0,0058	0,0216	0,0267	0,0534

Tablica P-1.11: Umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV50

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Prvo mjerenje X_1 , mV/V	Drugo mjerenje X_2 , mV/V	Treće mjerenje X_3 , mV/V	Četvrto mjerenje X_4 , mV/V	Peto mjerenje X_5 , mV/V	Sile X , mV/V			Odstupanje q , %			Ponovljivost b , %
								X_{max}	X_{min}	X_g	q_{max}	q_{min}	q_g	
Poz. 1	490,3	0,19628	0,00000 0,19630 0,00007	0,00000 0,19637 0,00004	0,00000 0,19629 0,00003	0,00000 0,19629 0,00002	0,00000 0,19630 0,00002	0,19637	0,19629	0,19631	0,044	0,003	0,013	0,041
Poz. 2	490,3	0,19628	0,00000 0,19644 0,00005	0,00000 0,19646 0,00002	0,00000 0,19648 0,00001	0,00000 0,19648 0,00001	0,00000 0,19645 0,00002	0,19648	0,19644	0,196462	0,100	0,079	0,091	0,020
Poz. 3	490,3	0,19628	0,00000 0,19635 0,00002	0,00000 0,19645 0,00001	0,00000 0,19640 0,00001	0,00000 0,19641 0,00001	0,00000 0,19640 0,00002	0,19645	0,19635	0,196402	0,084	0,033	0,060	0,051
Poz. 4	490,3	0,19628	0,00000 0,19627 0,00001	0,00000 0,19628 0,00003	0,00000 0,19633 0,00006	0,00000 0,19636 0,00007	0,00000 0,19632 0,00004	0,19636	0,19627	0,196312	0,039	-0,007	0,014	0,046
Poz. 1	490,3	2,00032	0,00000 2,00083 0,00013	0,00000 2,00091 0,00005	0,00000 2,00055 0,00003	0,00000 2,00036 0,00005	0,00000 2,00023 0,00007	2,00091	2,00023	2,00058	0,029	-0,005	0,013	0,034
Poz. 2	490,3	2,00032	0,00000 2,00021 0,00009	0,00000 2,00072 0,00004	0,00000 2,00037 0,00004	0,00000 2,00051 0,00004	0,00000 2,00040 0,00002	2,00072	2,00021	2,00044	0,020	-0,006	0,006	0,025
Poz. 3	490,3	2,00032	0,00000 2,00063 0,00003	0,00000 2,00087 0,00004	0,00000 2,00031 0,00003	0,00000 2,00086 0,00005	0,00000 2,00078 0,00002	2,00087	2,00031	2,00069	0,027	-0,001	0,018	0,028
Poz. 4	490,3	2,00032	0,00000 2,00031 0,00007	0,00000 2,00041 0,00007	0,00000 2,00077 0,00006	0,00000 2,00029 0,00006	0,00000 2,00018 0,00006	2,00077	2,00018	2,00039	0,022	-0,007	0,003	0,029

Tablica P-1.12: Procjena i proračun mjernih nesigurnosti za umjeravanje sila opterećivanja za metodu HV50

Mjerna pozicija	Nazivno opterećenje F , N	Referentna vrijednost X_{REF} , mV/V	Srednja vrijednost X_{sr} , mV/V									u_{PTB} , ‰	u_c ‰	U_F , ‰		
				s(x), ‰	$u(b)$ ‰	α ‰	a_t °C	u_t ‰	a_s ‰	u_s ‰	a_e ‰				u_e ‰	u_{dod} ‰
Poz. 1	490,3	0,19628	0,19631	1,516E-05	0,0077	0,05	1,3	0,0375	0,025	0,0144	0,015	0,0087	0,0411	0,021	0,0468	0,094
Poz. 2	490,3	0,19628	0,196462	8,00E-06	0,0041	0,05	1,3	0,0375	0,025	0,0144	0,015	0,0087	0,0411	0,021	0,0464	0,093
Poz. 3	490,3	0,19628	0,196402	1,594E-05	0,0081	0,05	1,3	0,0375	0,025	0,0144	0,015	0,0087	0,0411	0,021	0,0469	0,094
Poz. 4	490,3	0,19628	0,196312	1,655E-05	0,0084	0,05	1,3	0,0375	0,025	0,0144	0,015	0,0087	0,0411	0,021	0,0469	0,094
Poz. 1	490,3	2,00032	2,00058	1,309E-04	0,0065	0,02	1,3	0,0150	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0171	0,0015	0,0184	0,037
Poz. 2	490,3	2,00032	2,00044	8,446E-05	0,0042	0,02	1,3	0,0150	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0171	0,0015	0,0177	0,035
Poz. 3	490,3	2,00032	2,00069	1,043E-04	0,0052	0,02	1,3	0,0150	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0171	0,0015	0,0179	0,036
Poz. 4	490,3	2,00032	2,00039	1,013E-04	0,0051	0,02	1,3	0,0150	0,01	0,0058	0,01	0,0058	0,0171	0,0015	0,0179	0,036

Tablica P-2.1: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja na etalonskoj pločici 808,8 HV50

Etalonska pločica 808,8HV50	Mjerni niz	F_z		F_x		F_y		b_z %	b_x %	b_y %
		mV/V	N	mV/V	N	mV/V	N			
Serija 1	1.1	0,19638	490,5391	0,00060	1,499	-0,00110	-2,748	0,041	11,559	-29,702
	1.2	0,19642	490,6390	0,00060	1,499	-0,00098	-2,448			
	1.3	0,19640	490,5890	0,00064	1,599	-0,00086	-2,149			
	1.4	0,19643	490,6640	0,00062	1,549	-0,00095	-2,373			
	1.5	0,19646	490,7389	0,00057	1,424	-0,00082	-2,049			
Serija 2	2.1	0,19642	490,6390	0,00078	1,949	-0,00086	-2,149	0,036	15,286	-34,539
	2.2	0,19642	490,6390	0,00067	1,674	-0,00064	-1,599			
	2.3	0,19645	490,7139	0,00069	1,724	-0,00092	-2,298			
	2.4	0,19647	490,7639	0,00072	1,799	-0,00075	-1,874			
	2.5	0,19640	490,5890	0,00074	1,849	-0,00088	-2,199			
Serija 3	3.1	0,19648	490,7888	0,00043	1,074	-0,00086	-2,149	0,031	12,072	-21,755
	3.2	0,19650	490,8388	0,00038	0,959	-0,00098	-2,448			
	3.3	0,19646	490,7389	0,00040	0,999	-0,00090	-2,249			
	3.4	0,19644	490,6889	0,00038	0,954	-0,00079	-1,974			
	3.5	0,19646	490,7389	0,00039	0,984	-0,00083	-2,074			

Tablica P-2.2: Rezultati ispitivanja radijalnih komponenti sila opterećivanja na etalonskoj pločici WERKO-V252724

Etalonska pločica 808,8HV50	Mjerni niz	F_z		F_x		F_y		b_z %	b_x %	b_y %
		mV/V	N	mV/V	N	mV/V	N			
Serija 1	1.1	0,19607	489,7649	0,00125	3,123	0,00315	7,870	0,036	18,210	8,087
	1.2	0,19604	489,6900	0,00120	2,998	0,00339	8,469			
	1.3	0,19605	489,7149	0,00104	2,598	0,00342	8,544			
	1.4	0,19600	489,5901	0,00109	2,723	0,00339	8,469			
	1.5	0,19604	489,6900	0,00119	2,973	0,00333	8,320			
Serija 2	2.1	0,19605	489,7149	0,00128	3,196	0,00324	8,095	0,036	28,938	7,134
	2.2	0,19599	489,5651	0,00112	2,798	0,00310	7,745			
	2.3	0,19604	489,6900	0,00114	2,848	0,00316	7,895			
	2.4	0,19598	489,5401	0,00096	2,398	0,00333	8,320			
	2.5	0,19603	489,6650	0,00102	2,548	0,00330	8,245			
Serija 3	3.1	0,19604	489,6900	0,00104	2,598	0,00351	8,769	0,026	19,505	6,194
	3.2	0,19599	489,5651	0,00117	2,923	0,00331	8,270			
	3.3	0,19604	489,6900	0,00127	3,173	0,00330	8,245			
	3.4	0,19600	489,5901	0,00123	3,073	0,00346	8,644			
	3.5	0,19602	489,6400	0,00119	2,973	0,00335	8,370			

Tablica P-3.1: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN45199G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	457,4	Rezolucija:	0,000 1 mm
Rezultati mjerenja					
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm		
1	0,2014	0,2019	0,20165	456,07	
2	0,2014	0,2009	0,20115	458,34	
3	0,2017	0,2022	0,20195	454,72	
4	0,2027	0,2032	0,20295	450,25	
5	0,2017	0,2022	0,20195	454,72	
Srednja vrijednost			0,20193	454,82	
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,000657	2,95	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
Veličina X _i	Procijenjen a vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	u _i (H)
u _{CRM-P}	457,4HV10	1,3722	Normalna	1	1,3722
u _{xCRM-1}	0 HV	1,505858	Normalna	1	1,505858
u _{ms}	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	4543,185	0,13115
u _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana mjerna nesigurnost					2,04HV
Proširena mjerna nesigurnost					4,08HV
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U _{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b}\right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH _{HTMmax} HV		
454,82	4,08	2,58	6,67		
Korekcija sile					
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10					
1	2	3	4	5	HVsr S _{xCRM-1}
456,22	458,50	454,87	450,40	454,87	454,97 2,95
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
HV HV	U _{HTM} HV	$\left \overline{b}\right $ HV	ΔH _{HTMmax} HV		
454,97	4,08	2,43	6,51		

Tablica P-3.2: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer		
Temperatura:	22 °C ±0,5 °C	Oznaka:	IN45199G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB	
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	457,4	Rezolucija:	0,000 1 mm	
Rezultati mjerenja						
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10		
	d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm			
1	0,20138	0,20186	0,20162	456,21		
2	0,20195	0,20157	0,20176	455,57		
3	0,20162	0,20129	0,20146	456,95		
4	0,20171	0,20203	0,20187	455,08		
5	0,20132	0,20122	0,20127	457,79		
Srednja vrijednost			0,201595	456,32		
Standardno odstupanje		S_{xCRM-1}	0,000239	1,08		
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	$u_i (H)$	
u_{CRM-P}	457,4HV10	1,3722	Normalna	1	1,3722	
u_{xCRM-1}	0 HV	0,55209	Normalna	1	0,55209	
u_{ms}	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	4543,185	0,13115	
u_{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0	
Kombinirana mjerna nesigurnost					1,48HV	
Proširena mjerna nesigurnost					2,97HV	
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U_{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $ \overline{b} $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV			
456,32	2,97	1,08	4,05			
Korekcija sile						
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10						
1	2	3	4	5	HVsr	S_{xCRM-1}
456,36	455,73	457,11	455,23	457,95	456,48	1,08
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
HV HV	U_{HTM} HV	$ \overline{b} $ HV	ΔH_{HTMmax} HV			
456,48	2,97	0,92	3,89			

Tablica P-3.3: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN60150G

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22±0,5 °C	Oznaka:	IN60150G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	807,9	Rezolucija:	0,000 1 mm
Rezultati mjerenja					
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10	
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm		
1	0,1521	0,1520	0,15205	802,15	
2	0,1523	0,1526	0,15245	797,94	
3	0,1520	0,1524	0,15220	800,57	
4	0,1526	0,1524	0,15250	797,42	
5	0,1521	0,1527	0,15240	798,47	
Srednja vrijednost			0,15232	799,31	
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,000189	1,99	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
Veličina X _i	Procijenjen a vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	u _i (H)
u _{CRM-P}	807,9HV10	2,4237	Normalna	1	2,4237
u _{xCRM-1}	0 HV	1,012585	Normalna	1	1,012585
u _{ms}	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	10664,8	0,307866
u _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana mjerna nesigurnost					3,25HV
Proširena mjerna nesigurnost					6,49HV
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U _{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b}\right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH _{HTMmax} HV		
799,31	6,49	7,39	13,88		
Korekcija sile					
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10					
1	2	3	4	5	HVsr
802,42	798,22	800,84	797,69	798,74	799,58
					S _{xCRM-1}
					1,99
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
HV HV	U _{HTM} HV	$\left \overline{b}\right $ HV	ΔH _{HTMmax} HV		
799,58	6,49	7,12	13,61		

Tablica P-3.4: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV10 – IN45199G

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer		
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN60150G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB	
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	807,9	Rezolucija:	0,000 1 mm	
Rezultati mjerenja						
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV10		
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm			
1	0,15227	0,15145	0,15186	804,16		
2	0,15139	0,15168	0,15154	807,61		
3	0,15206	0,15187	0,15197	803,05		
4	0,15107	0,15154	0,15131	810,07		
5	0,15132	0,15206	0,15169	805,96		
Srednja vrijednost			0,151671	806,17		
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,000262	2,79		
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X _i	Procijenjena vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	u _i (H)	
U _{CRM-P}	807,9HV10	2,4237	Normalna	1	2,4237	
U _{xCRM-1}	0 HV	1,421967	Normalna	1	1,421967	
U _{ms}	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	10664,8	0,307866	
U _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0	
Kombinirana mjerna nesigurnost					2,83HV	
Proširena mjerna nesigurnost					5,65HV	
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U _{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV			
806,17	5,65	1,73	7,39			
Korekcija sile						
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10						
1	2	3	4	5	HVsr	S _{xCRM-1}
804,43	807,88	803,32	810,34	806,23	806,44	2,79
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
HV HV	U _{HTM} HV	$\left \overline{b} \right $ HV	ΔH_{HTMmax} HV			
806,44	5,65	1,46	7,11			

Tablica P-3.5: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN28264G

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer		
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN28264G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258	
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	275,0	Rezolucija:	0,000 1 mm	
Rezultati mjerenja						
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30		
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm			
1	0,4499	0,4504	0,45015	274,55		
2	0,4496	0,4492	0,44940	275,47		
3	0,4502	0,4497	0,44995	274,79		
4	0,4506	0,4508	0,45070	273,88		
5	0,4511	0,4509	0,45100	273,51		
Srednja vrijednost			0,45024	274,44		
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,00063	0,77		
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X _i	Procijenjen a vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	u _i (H)	
u _{CRM-P}	275,0HV30	0,825	Normalna	1	0,825	
u _{xCRM-1}	0 HV	0,39155029	Normalna	1	0,39155	
u _{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	1222,818	0,0353	
u _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0	
Kombinirana mjerna nesigurnost					0,91 HV	
Proširena mjerna nesigurnost					1,83 HV	
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U _{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH _{HTMmax} HV			
274,44	1,83	0,56	2,39			
Korekcija sile						
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10						
1	2	3	4	5	HVsr	S _{xCRM-1}
274,73	275,65	274,98	274,06	273,70	274,63	0,77
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
HV HV	U _{HTM} HV	$\left \overline{b} \right $ HV	ΔH _{HTMmax} HV			
274,63	1,83	0,37	2,20			

Tablica P-3.6: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN28264G

Mjeriteljski uvjeti					
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer	
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN28264G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	275,0	Rezolucija:	0,000 1 mm
Rezultati mjerenja					
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30	
	d_1 , mm	d_2 , mm	d_{Sr} , mm		
1	0,44989	0,450018	0,44995	274,79	
2	0,44968	0,44942	0,44955	275,28	
3	0,45015	0,44986	0,45001	274,73	
4	0,45055	0,45061	0,45058	274,03	
5	0,45092	0,45061	0,45077	273,80	
Srednja vrijednost			0,45017	274,52	
Standardno odstupanje		S_{xCRM-1}	0,00050	0,60	
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti					
Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	$u_i(H)$
U_{CRM-P}	275HV30	0,825	Normalna	1	0,825
U_{xCRM-1}	0 HV	0,30781520	Normalna	1	0,307815
U_{ms}	0,0001 mm	2,88675E-05	Pravokutna	1222,818	0,0353
U_{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0
Kombinirana mjerna nesigurnost					0,88 HV
Proširena mjerna nesigurnost					1,76 HV
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U_{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV		
274,52	1,76	0,48	2,24		
Korekcija sile					
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10					
1	2	3	4	5	HVsr S_{xCRM-1}
274,97	275,47	274,91	274,21	273,99	274,71 0,60
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera					
HV HV	U_{HTM} HV	$\left \overline{b} \right $ HV	ΔH_{HTMmax} HV		
274,71	1,76	0,29	2,05		

Tablica P-3.7: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN45197G

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer		
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN45197G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258	
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	470,7	Rezolucija:	0,000 1 mm	
Rezultati mjerenja						
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30		
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{Sr} , mm			
1	0,3439	0,3444	0,34415	469,72		
2	0,3464	0,3455	0,34595	464,84		
3	0,3451	0,3445	0,34480	467,95		
4	0,3436	0,3435	0,34355	471,36		
5	0,3443	0,3441	0,34420	469,58		
Srednja vrijednost			0,34453	468,69		
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,000909	2,47		
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X _i	Procijenjen a vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	u _i (H)	
u _{CRM-P}	470,7HV30	1,4121	Normalna	1	1,4121	
u _{xCRM-1}	0 HV	1,257418	Normalna	1	1,257418	
u _{ms}	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	2738,288	0,079048	
u _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0	
Kombinirana mjerna nesigurnost					1,89 HV	
Proširena mjerna nesigurnost					3,78 HV	
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV	Proširena mjerna nesigurnost U _{HTM}	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH _{HTMmax}			
HV	HV	HV	HV			
468,69	3,78	2,01	5,79			
Korekcija sile						
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10						
1	2	3	4	5	HVsr	S _{xCRM-1}
470,04	465,16	468,27	471,68	469,90	469,01	2,47
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
HV	U _{HTM}	$\left \overline{b} \right $	ΔH _{HTMmax}			
HV	HV	HV	HV			
469,01	3,79	1,69	5,48			

Tablica P-3.8: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN45197G

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer		
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN45197G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB	
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	470,7	Rezolucija:	0,000 1 mm	
Rezultati mjerenja						
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30		
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{sr} , mm			
1	0,34397	0,34457	0,34427	469,39		
2	0,34470	0,34451	0,34461	468,48		
3	0,34472	0,34443	0,34458	468,56		
4	0,34345	0,34392	0,34369	470,99		
5	0,34436	0,34479	0,34458	468,56		
Srednja vrijednost			0,344342	469,20		
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,000392	1,07		
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X _i	Procijenjena vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	u _i (H)	
U _{CRM-P}	470,7HV30	1,4121	Normalna	1	1,4121	
U _{xCRM-1}	0 HV	0,545526	Normalna	1	0,545526	
U _{ms}	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	2738,288	0,079048	
U _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0	
Kombinirana mjerna nesigurnost					1,52 HV	
Proširena mjerna nesigurnost					3,03 HV	
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U _{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV			
469,20	3,03	1,50	4,53			
Korekcija sile						
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10						
1	2	3	4	5	HVsr	S _{xCRM-1}
469,71	468,80	468,88	471,31	468,88	469,51	1,07
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
HV HV	U _{HTM} HV	$\left \overline{b} \right $ HV	ΔH_{HTMmax} HV			
469,51	3,03	1,19	4,22			

Tablica P-3.9: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_I/G-258 primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN60127G

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer		
Temperatura:	22±0,5 °C	Oznaka:	IN60127G	Oznaka:	5030TKV; I/G-258	
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	802,0	Rezolucija:	0,000 1 mm	
Rezultati mjerenja						
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30		
	d ₁ , mm	d ₂ , mm	d _{Sr} , mm			
1	0,2646	0,2645	0,26455	794,91		
2	0,2643	0,2642	0,26425	796,72		
3	0,2646	0,2649	0,26475	793,71		
4	0,2646	0,2644	0,26450	795,21		
5	0,2644	0,2643	0,26435	796,11		
Srednja vrijednost			0,26448	795,33		
Standardno odstupanje		S _{xCRM-1}	0,000192	1,16		
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X _i	Procijenjen a vrijednost x _i	Standardna mjerna nesigurnost u(x _i)	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	u _i (H)	
u _{CRM-P}	802,0HV30	2,406	Normalna	1	2,406	
u _{xCRM-1}	0 HV	0,589675	Normalna	1	0,589675	
u _{ms}	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	6090,1	0,175806	
u _{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0	
Kombinirana mjerna nesigurnost					2,99 HV	
Proširena mjerna nesigurnost					5,97 HV	
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U _{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH _{HTMmax} HV			
795,33	5,97	5,66	11,63			
Korekcija sile						
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10						
1	2	3	4	5	HVsr	S _{xCRM-1}
795,45	797,26	794,25	795,75	796,65	795,87	1,16
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
HV HV	U _{HTM} HV	$\left \overline{b} \right $ HV	ΔH _{HTMmax} HV			
795,87	6,27	4,83	11,10			

Tablica P-3.10: Indirektno umjeravanje sustava 5030TKV_CCD-LFSB primarnom etalonskom pločicom HV30 – IN60127G

Mjeriteljski uvjeti						
Okoliš		Primarna etalonska pločica		Etalonski tvrdomjer		
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	IN60127G	Oznaka:	5030TKV; CCD-LFSB	
Tlak:	1035 hPa	Vrijednost tvrdoće	802,0	Rezolucija:	0,000 1 mm	
Rezultati mjerenja						
Redni broj mjerenja	Izmjerena vrijednost dijagonala			Izračunata vrijednost tvrdoće, HV30		
	d_1 , mm	d_2 , mm	d_{sr} , mm			
1	0,26356	0,26384	0,26370	800,04		
2	0,26375	0,26411	0,26393	798,65		
3	0,26382	0,26355	0,26369	800,14		
4	0,26346	0,26449	0,26398	798,38		
5	0,26293	0,26345	0,26319	803,15		
Srednja vrijednost			0,263696	800,07		
Standardno odstupanje		S_{xCRM-1}	0,000312	1,89		
Procjena i proračun mjerne nesigurnosti						
Veličina X_i	Procijenjena vrijednost x_i	Standardna mjerna nesigurnost $u(x_i)$	Vrsta razdiobe	Koeficijent osjetljivosti, c	$u_i (H)$	
u_{CRM-P}	802,0HV30	2,406	Normalna	1	2,406	
u_{xCRM-1}	0 HV	0,96582	Normalna	1	0,96582	
u_{ms}	0,0001 mm	2,89E-05	Pravokutna	6090,1	0,175806	
u_{CRM-D}	0 HV	0	Trokutna	1	0	
Kombinirana mjerna nesigurnost					2,60 HV	
Proširena mjerna nesigurnost					5,20 HV	
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
Izmjerena vrijednost tvrdoće HV HV	Proširena mjerna nesigurnost U_{HTM} HV	Odstupanje etalonskog tvrdomjera $\left \overline{b} \right $ HV	Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera ΔH_{HTMmax} HV			
800,07	5,20	1,93	7,13			
Korekcija sile						
Izračunate vrijednost tvrdoće s korigiranom vrijednošću sile, HV10						
1	2	3	4	5	HVs _r	S_{xCRM-1}
800,59	799,19	800,68	798,92	803,69	800,61	1,90
Maksimalno odstupanje etalonskog tvrdomjera						
HV HV	U_{HTM} HV	$\left \overline{b} \right $ HV	ΔH_{HTMmax} HV			
800,61	5,20	1,39	6,59			

Tablica P-4.1: Rezultati ispitivanja hrapavosti, planparalelnosti i ravnoće etalonskih pločica za interkomparacijsku provjeru

Oznaka	Hrapavost				Ravnoća		Planparalelnost	
	ispitna površina	izmjerena Ra μm nalijegajuća površina	ispitna površina	maksimalno dozvoljeno Ra-max μm nalijegajuć a površina	izmjerena μm	maksimalno dozvoljeno μm	izmjerena μm / 50 mm	Maksimalno dozvoljeno μm / 50 mm
33P1831	0,003	0,241			0,26		1,26	
IN45180G	0,006	0,323			0,54		0,78	
IN40220G	0,004	0,151			0,17		0,44	
33P1844	0,007	0,096			0,08		0,64	
IN60102G	0,003	0,109			0,39		0,33	
IN40207G	0,005	0,231			0,66		0,98	
IN60115G	0,004	0,167			0,15		0,59	
IN40211G	0,009	0,134			0,34		0,76	
IN55860C	0,008	0,156			0,11		0,88	
33P1825	0,004	0,249			0,22		0,64	
IN40291G	0,008	0,177			0,52		0,69	
IN60161G	0,007	0,089			0,86		0,58	
IN40452G	0,005	0,137			0,31		0,47	
IN6087G	0,009	0,233			0,19		0,61	
			0,05 μm	0,8 μm		5 μm		10 μm / 50 mm

Tablica P-5.1: Rezultati interkomparacijskih mjerenja u INDENTEC-u

Mjeriteljski uvjeti									
Okoliš		Sustav za očitavanje veličine otiska			Sustav za opterećivanje				
Temperatura:	22 °C ± 1 °C	Oznaka:	-		Oznaka:	1010TKV			
Tlak:	1035 hPa	Rezolucija:	0,000 1 mm		Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s			
		Mjerna nesigurnost:	± 1 HV		Trajanje opterećivanja:	8 s			
Etalonska pločica	Izračunata vrijednost tvrdoće, HV					Srednja vrijednost HV	Proširena mjerna nesigurnost HV		
	1	2	3	4	5				
HV1-33P1831	204,17	205,44	205,49	210,55	207,67	206,66	3,29		
HV1-IN45180G	465,91	456,39	465,10	465,10	457,11	461,92	6,69		
HV3-33P1844	205,09	209,39	204,10	204,10	206,34	205,80	3,05		
HV3-IN40220G	425,91	424,35	428,83	426,32	427,40	426,56	4,60		
HV5-IN40207G	420,04	416,58	414,69	418,94	419,93	418,04	4,81		
HV5-IN60102G	796,56	793,69	799,60	793,76	802,50	797,22	8,87		
HV10-IN40211G	417,88	413,86	411,91	413,86	416,20	414,74	4,77		
HV10-IN60115G	808,70	806,57	809,18	806,57	810,79	808,36	8,29		
HV20-33P1825	204,36	203,99	203,50	204,81	205,19	204,37	2,15		
HV20-IN55860C	636,88	641,60	641,09	640,08	638,99	639,73	6,68		
HV30-IN40291G	419,19	413,47	416,39	417,83	419,62	417,30	4,88		
HV30-IN60161G	799,92	801,11	801,08	802,72	802,66	801,50	8,11		
HV50-IN40452G	368,83	373,50	371,39	370,78	370,53	371,01	4,09		
HV50-IN6087G	806,52	806,50	811,28	808,52	810,41	808,65	8,39		

Ž. Alar: Analiza utjecajnih faktora na mjernu nesigurnost etalonskog tvrdomjera

Tablica P-5.2: Rezultati interkomparacijskih mjerenja u PTB-u

Mjeriteljski uvjeti									
Okoliš		Sustav za očitavanje veličine otiska			Sustav za opterećivanje				
Temperatura:	22 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	LIBRA 200		Oznaka:	PTB-HT-086 PTB-HT-085			
Tlak:	1055 hPa	Rezolucija:	0,000 1 mm		Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s			
		Mjerna nesigurnost:	Vidi tab.: 5.20		Trajanje opterećivanja:	8 s			
Etalonska pločica		Izračunata vrijednost tvrdoće, HV					Srednja vrijednost HV	Proširena mjerna nesigurnost HV	
		1	2	3	4	5			
HV1-33P1831		212,59	206,35	205,31	209,64	216,13	210,00	5,35	
HV1-IN45180G		450,36	449,52	453,11	452,55	455,25	452,16	7,52	
HV3-33P1844		199,84	206,85	208,37	203,85	201,53	204,09	2,34	
HV3-IN40220G		426,78	428,05	427,34	429,87	430,64	428,34	4,02	
HV5-IN40207G		418,77	419,62	419,62	418,77	415,97	418,55	4,49	
HV5-IN60102G		817,41	814,73	818,11	819,11	818,72	817,62	9,75	
HV10-IN40211G		411,45	414,17	410,67	413,20	413,20	412,54	4,16	
HV10-IN60115G		807,95	811,16	810,09	809,02	811,70	809,99	9,19	
HV20-33P1825		207,48	207,58	208,36	207,77	208,02	207,84	1,58	
HV20-IN55860C		636,72	641,49	638,30	638,04	644,71	639,85	6,46	
HV30-IN40291G		418,73	417,59	423,60	421,85	420,12	420,38	4,13	
HV30-IN60161G		798,83	795,81	794,91	799,44	801,26	798,05	7,31	
HV50-IN40452G		370,96	371,85	376,29	371,26	370,52	372,18	3,31	
HV50-IN6087G		814,26	813,54	807,55	810,17	808,02	810,71	6,46	

Tablica P-5.3: Rezultati interkomparacijskih mjerenja na FSB-u (5030TKV i CCD-LFSB)

Mjeriteljski uvjeti										
Okoliš		Sustav za očitavanje veličine otiska			Sustav za opterećivanje					
Temperatura:	21 °C ± 0,5 °C	Oznaka:	CCD-LFSB			Oznaka:	5030TKV			
Tlak:	1035 hPa	Rezolucija:	0,000 1 mm			Brzina spuštanja indentora:	1 mm/s			
		Mjerna nesigurnost:	± 1 HV			Trajanje opterećivanja:	10 s			
Etalonska pločica	Izračunata vrijednost tvrdoće, HV					Srednja vrijednost HV	Proširena mjerna nesigurnost HV			
	1	2	3	4	5					
	HV1-33P1831	211,24	209,46	206,15	210,41	213,94	210,24	3,57		
	HV1-IN45180G	464,75	466,96	469,64	468,82	459,79	465,99	6,16		
	HV3-33P1844	203,83	207,62	204,23	207,11	203,04	205,17	2,94		
	HV3-IN40220G	432,77	432,26	438,19	438,13	433,27	434,92	5,30		
	HV5-IN40207G	418,89	419,74	419,74	418,89	416,09	418,67	4,46		
	HV5-IN60102G	817,65	814,97	818,34	819,34	818,95	817,85	8,37		
	HV10-IN40211G	412,14	417,97	417,76	418,41	417,74	416,80	3,77		
	HV10-IN60115G	808,73	805,39	807,17	805,41	810,51	807,44	6,04		
	HV20-33P1825	207,54	207,64	208,43	207,83	208,08	207,90	2,11		
	HV20-IN55860C	636,91	641,68	638,49	638,23	644,90	640,04	7,20		
	HV30-IN40291G	419,81	422,02	423,71	422,97	422,97	422,30	4,50		
	HV30-IN60161G	800,74	799,13	798,62	800,13	802,17	800,16	8,13		
	HV50-IN40452G	370,96	371,85	374,02	371,26	370,52	371,72	3,97		
	HV50-IN6087G	814,26	813,54	809,93	810,17	808,02	811,18	8,54		